

ICS 77.100
H 11



中华人民共和国国家标准

GB/T 5059.9—2008
代替 GB/T 5059.9~5059.10—1988

GB/T 5059.9—2008

钼铁 硫含量的测定 红外线吸收法和燃烧碘量法

Ferromolybdenum—Determination of sulfur content—
The infrared absorption method
and the combustion-iodate volumetric method

中华人民共和国
国家标准
钼铁 硫含量的测定
红外线吸收法和燃烧碘量法
GB/T 5059.9—2008

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 14 千字
2008年12月第一版 2008年12月第一次印刷

*

书号:155066·1-35069 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 5059.9—2008

2008-09-11 发布

2009-05-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

$$w_s = \frac{T \times (V_2 - V_{02})}{m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

T ——与 1 mL 碘酸钾标准滴定溶液(4.2.11)相当的硫量,单位为克每毫升(g/mL)；

V₂ ——测定时试料消耗碘酸钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL)；

V₀₂ ——空白试验消耗碘酸钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL)；

m₁ ——试料量,单位为克(g)。

4.7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2 允许差 %

硫含量(质量分数)	允许差
0.015~0.025	0.003
>0.025~0.045	0.004
>0.045~0.070	0.006
>0.070~0.120	0.008
>0.120~0.250	0.012

5 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- a) 鉴别试料、实验室和分析日期等资料；
- b) 遵守本部分规定的程度；
- c) 分析结果及其表示；
- d) 测定中观察到的异常现象；
- e) 对分析结果可能有影响而本部分未包括的操作或者任意的操作。

前 言

GB/T 5059 的本部分是对 GB/T 5059.9—1988《钼铁化学分析方法 红外线吸收法测定硫量》和 GB/T 5059.10—1988《钼铁化学分析方法 燃烧碘酸钾滴定法测定硫量》的整合修订,包括了红外线吸收法和燃烧碘量法两个分析方法。

本部分代替 GB/T 5059.9—1988《钼铁化学分析方法 红外线吸收法测定硫量》和 GB/T 5059.10—1988《钼铁化学分析方法 燃烧碘酸钾滴定法测定硫量》。

本部分与 GB/T 5050.9—1988 和 GB/T 5059.10—1988 比较,主要修改如下：

- “试样”统一修改为“试料”；
- “素质坩埚”统一修改为“陶瓷坩埚”；
- 红外线吸收法中“纯铁”统一修改为“纯铁标准物质/标准样品”；
- “ppm”统一修改为“1×10⁻⁶”。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由全国生铁及铁合金标准化技术委员会归口。

本部分起草单位：中钢集团吉林铁合金股份有限公司。

本部分主要起草人：杨帆、毕军、李雅华、高林、于桂萍。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 5059.9—1988；
- GB/T 5059.10—1988。

一瓶用作判断滴定终点的参比液。

4.2.11 碘酸钾标准滴定溶液

4.2.11.1 配制

称取 0.222 5 g 碘酸钾基准试剂、1 g 碘化钾和 0.10 g 氢氧化钠溶解于水中,稀释,定容于 1 000 mL 容量瓶,混匀。

4.2.11.2 标定

称取 0.500 0 g 与试料组成类似的已知硫含量的标准样品,按 4.5.3 进行分析。随同标准样品进行空白试验,测定数次取其平均值。

按公式(1)计算 1 mL 碘酸钾标准滴定溶液相当的硫量(T):

$$T = \frac{m_0 \times w_{S_0}}{(V_1 - V_{01}) \times 100} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

T——与 1 mL 碘酸钾标准滴定溶液(4.2.11)相当的硫量,单位为克每毫升(g/mL);

m_0 ——试料量,单位为克(g);

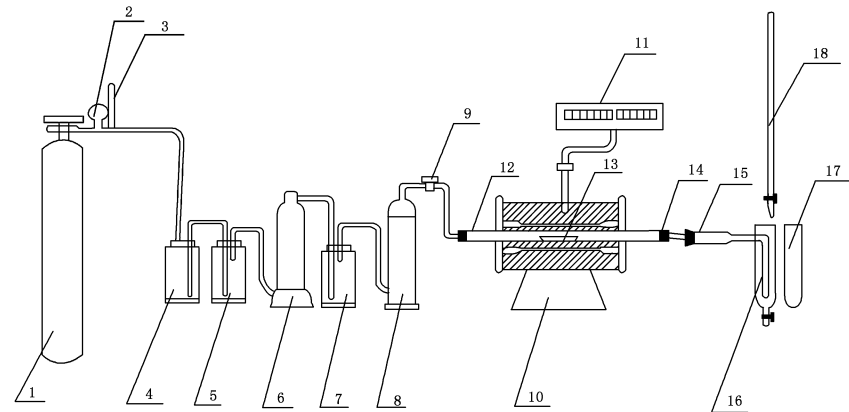
w_{S_0} ——标准样品的硫含量(质量分数),%;

V_1 ——滴定标准样品所消耗的碘酸钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_{01} ——滴定空白试验所消耗的碘酸钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL)。

4.3 仪器及设备

定硫装置见图 2。



- 1——氧气瓶;
- 2——氧气压力表;
- 3——流量计;
- 4——缓冲瓶;
- 5——洗气瓶(内装铬酸饱和和硫酸溶液,其量约为瓶高度的三分之一);
- 6——干燥塔(内盛碱石灰或氢氧化钠(粒状));
- 7——洗气瓶,内盛硫酸($\rho 1.84 \text{ g/mL}$);
- 8——干燥塔,内盛硅胶、活性氧化铝;
- 9——两通活塞;
- 10——高温燃烧炉(长约 300 mm);
- 11——自动温度控制器(附热电偶),控制炉温在 $1\ 400\ ^\circ\text{C} \sim 1\ 450\ ^\circ\text{C}$;
- 12——高温燃烧管;
- 13——瓷舟;
- 14——硅胶塞;
- 15——干燥管(内盛脱脂棉);
- 16——吸收瓶(不带浮珠)(见图 3);
- 17——参比液;
- 18——微量滴定管。

图 2

钼铁 硫含量的测定 红外线吸收法和燃烧碘量法

警告:使用 GB/T 5059 的本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

GB/T 5059 的本部分规定了用红外线吸收法和燃烧碘量法测定钼铁中硫含量。

本部分适用于钼铁中硫含量的测定。测定范围(质量分数):0.015%~0.250%。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 5059 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 4010 铁合金化学分析用试样的采取和制备

3 方法一 红外线吸收法

3.1 原理

试料于高频感应炉的氧气流中加热燃烧,生成的二氧化硫由氧气载至红外线分析器的测量室,二氧化硫吸收特定波长的红外能,其吸收能与硫的浓度成正比,根据检测器接受能量的变化测得硫量。

3.2 试剂及材料

- 3.2.1 高氯酸镁,无水,粒状。
- 3.2.2 烧碱石棉,粒状。
- 3.2.3 玻璃棉。
- 3.2.4 钨粒,硫含量(质量分数)小于 0.000 2%,粒度 0.8 mm~1.4 mm。
- 3.2.5 锡粒,碳含量(质量分数)小于 0.000 3%,粒度 0.4 mm~0.8 mm。
- 3.2.6 纯铁标准物质/标准样品,纯度(质量分数)大于 99.8%,硫含量(质量分数)小于 0.002%,粒度 0.8 mm~1.68 mm。
- 3.2.7 氧气,纯度(体积分数)大于 99.95%,其他级别氧气若能获得低而一致的空白时,也可以使用。
- 3.2.8 动力气源,氮气或压缩空气,其杂质(水和油)含量(质量分数)小于 0.5%。
- 3.2.9 陶瓷坩埚,直径×高度为 23 mm×23 mm 或 25 mm×25 mm,并于大于 1 200 °C 的高温加热炉中灼烧 4 h 或通氧灼烧至空白值为最低($1\ 350\ ^\circ\text{C}$,时间不少于 3 min)。
- 3.2.10 坩埚钳。

3.3 仪器及设备

3.3.1 红外线吸收定硫仪(灵敏度为 1.0×10^{-6})

其装置如图 1。