

ICS 77.100  
H 11



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 21932—2008

GB/T 21932—2008

## 镍和镍铁 硫含量的测定 氧化铝色层分离-硫酸钡重量法

Nickel and ferronickel—Determination of sulphur content—  
Barium sulfate gravimetric method after alumina chromatographic separation

中华人民共和国  
国家标准  
镍和镍铁 硫含量的测定  
氧化铝色层分离-硫酸钡重量法  
GB/T 21932—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](http://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 10 千字  
2008年8月第一版 2008年8月第一次印刷

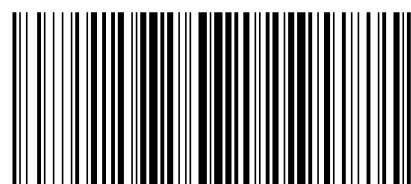
\*

书号:155066·1-32806 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 21932-2008

2008-05-30 发布

2008-12-01 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

## 前 言

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中国钢铁工业协会提出。

本标准由冶金工业信息标准研究院归口。

本标准主要起草单位：山西太钢不锈钢股份公司。

本标准主要起草人：戴学谦、任维萍、刘伟。

### 7.3.5 沉淀的处理

用密滤纸过滤,硝酸铵溶液(4.17)洗净烧杯和滤纸,采用少量多次的洗涤方法,洗至无氯离子,用硝酸银溶液(4.14)检查。沉淀及滤纸移入已于800℃恒重的铂坩埚中,低温碳化后在800℃~850℃的高温炉中灰化并灼烧半小时以上,取出置于干燥器中,冷却至室温,称量,恒重。减去空坩埚的质量即为硫酸钡的质量。

### 8 结果计算

按式(1)计算硫含量,以质量分数(%)表示:

$$w(S) = \frac{[(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)] \times 0.1374}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- $m_1$ ——测得标样或试料中硫酸钡的质量与坩埚质量之和,单位为克(g);
- $m_2$ ——测定标样或试料的空坩埚的质量,单位为克(g);
- $m_3$ ——试剂空白中硫酸钡的质量与空坩埚的质量之和的平均值,单位为克(g);
- $m_4$ ——试剂空白的空坩埚的质量的平均值,单位为克(g);
- $m$ ——试料量,单位为克(g);
- 0.1374——硫酸钡换算为硫的换算系数。

### 9 精密度

本方法精密度实验共制备了5个水平的镍铁样品,邀请了5个实验室进行了同水平3次测试,按GB/T 6379进行统计,没有剔除测试数据,精密度见表3。精密度试验原始数据见附录A。

表3 重复性限和再现性限

水平范围(质量分数)/%	重复性限 $r$	再现性限 $R$
0.003~0.2	$\lg r = 1.3655 + 0.7874 \lg m$	$\lg R = 1.3655 + 0.7874 \lg m$

如果两个独立测试结果之间差值超过表3所列精密度函数式计算出的重复性限  $r$  或再现性限  $R$  值,则认为这两个结果是可疑的。

### 10 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) 遵守本标准规定的程度;
- 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标准未包括的操作,或者任选的操作。

## 镍和镍铁 硫含量的测定 氧化铝色层分离-硫酸钡重量法

警告:使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准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

本标准规定了氧化铝色层分离-硫酸钡重量法测定硫含量。  
本标准适用于镍和镍铁中硫含量的测定,测定范围(质量分数):0.003%~0.20%。

### 2 规范性引用标准

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。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标准,然而,鼓励根据本标准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标准。

GB/T 6379.1 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第1部分:总则与定义(GB/T 6379.1—2004,ISO 5725-1:1994,IDT)

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第2部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法(GB/T 6379.2—2004,ISO 5725-2:1994,IDT)

### 3 原理

在氧化剂氯酸钾存在下,用盐酸-硝酸溶解试样,高氯酸冒烟,过滤除去硅,滤液通过活性氧化铝色层柱与大量干扰元素分离,用稀氨水洗脱色层柱上的硫酸根,以硫酸钡重量法测定硫量。

### 4 试剂和材料

分析中,除另有说明外,仅使用分析纯试剂和蒸馏水或与其纯度相当的水。

- 4.1 氯酸钾,固体。
- 4.2 无水碳酸钠,固体,优级。
- 4.3 无水乙醇。
- 4.4 氢氟酸, $\rho$ 1.15 g/mL。
- 4.5 冰乙酸, $\rho$ 1.05 g/mL。
- 4.6 过氧化氢, $\rho$ 1.10 g/mL。
- 4.7 高氯酸, $\rho$ 1.67 g/mL 优级纯。
- 4.8 盐酸, $\rho$ 1.19 g/mL 优级纯。
- 4.9 硝酸, $\rho$ 1.42 g/mL 优级纯。
- 4.10 盐酸、硝酸混合酸,于400 mL水中加入400 mL硝酸、200 mL盐酸,混匀。
- 4.11 高氯酸,1+100。
- 4.12 盐酸,1+1。
- 4.13 盐酸,1+20。
- 4.14 硝酸银溶液,10 g/L。
- 4.15 氢氧化铵,1+13。