

ICS 77.100
H 11



中华人民共和国国家标准

GB/T 4702.16—2008
代替 GB/T 4702.16~4702.17—1988

GB/T 4702.16—2008

金属铬 硫含量的测定 红外线吸收法和燃烧中和滴定法

Chromium metal—Determination of sulfur content—Infrared absorption
method and combustion-neutralization titration method

中华人民共和国
国家标准
金属铬 硫含量的测定
红外线吸收法和燃烧中和滴定法
GB/T 4702.16—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 15 千字
2008年7月第一版 2008年7月第一次印刷

*

书号:155066·1-32270 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 4702.16—2008

2008-05-13 发布

2008-11-01 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

本部分是对 GB/T 4702.16—1988《金属铬化学分析方法 红外线吸收法测定硫量》，GB/T 4702.17—1988《金属铬化学分析方法 燃烧中和滴定法测定硫量》的整合修订。

本部分代替 GB/T 4702.16—1988, GB/T 4702.17—1988。

本部分与 GB/T 4702.16—1988 和 GB/T 4702.17—1988 比较, 主要变化如下:

——红外线吸收法中助熔剂由原来的 0.50 g 锡粒、1.50 g 钨粒改为 0.25 g 锡粒、1.0 g 钨粒, 并加入 0.50 g 纯铁;

——燃烧中和滴定法中测定范围由原来的 $\leq 0.070\%$ 改为 $0.005\% \sim 0.070\%$ 。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由冶金工业信息标准研究院归口。

本部分起草单位: 常熟出入境检验检疫局。

本部分主要起草人: 王国新、许玉宇、胡清、俞璐。

本部分所代替的标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 4702.16—1988;

——GB/T 4702.17—1988。

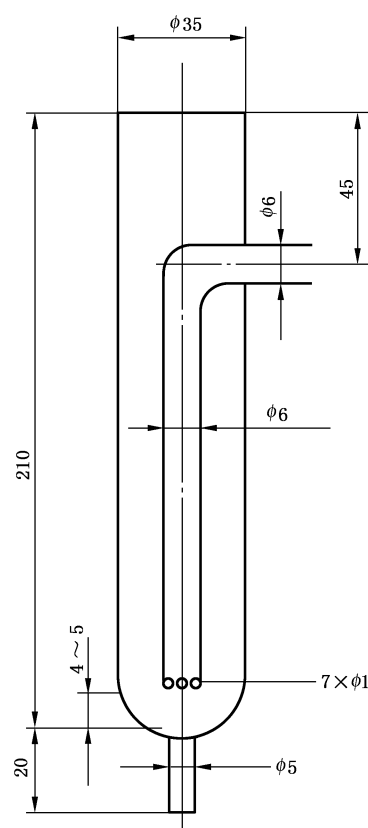


图 3

4.4 取制样

按照 GB/T 4010 的规定进行取制样, 试料应全部通过 1.68 mm 筛孔。

4.5 分析步骤

4.5.1 试料量

称取 0.50 g 试料, 精确至 0.001 g。

4.5.2 空白试验

将预先盛有 1 g 高纯铁(4.2.4)、0.25 g 五氧化二钒(4.2.5)的瓷舟(4.2.3)按 4.5.3 进行空白试验。

4.5.3 测定

4.5.3.1 连接定硫装置各部分并检查气密性, 加热高温燃烧管(12), 使管内温度升至 $1\ 400^{\circ}\text{C} \sim 1\ 450^{\circ}\text{C}$ 。

4.5.3.2 移取 40 mL 吸收液(4.2.9)于吸收瓶中, 加入 5 滴混合指示剂(4.2.10), 以 $700\ \text{mL}/\text{min} \sim 900\ \text{mL}/\text{min}$ 的流量通氧约 5 min, 以赶走溶液中的二氧化碳, 此时溶液如呈红紫色, 则滴加氢氧化钠标准溶液(4.2.12)至溶液为亮绿色。

4.5.3.3 将试样(4.5.1)置于预先盛有 1 g 高纯铁(4.2.4)的瓷舟(4.2.3)中, 再覆盖 0.25 g 五氧化二钒(4.2.5), 然后推入高温燃烧管(12)的中心高温部位, 塞紧硅胶塞(14)(特别注意密封), 稍稍通入氧气使吸收液不回流。

4.5.3.4 以 $200\ \text{mL}/\text{min}$ 的流量通入氧气使试样燃烧 5 min, 再以 $700\ \text{mL}/\text{min} \sim 900\ \text{mL}/\text{min}$ 的氧气流量(入口流量)导入吸收瓶(16)使二氧化硫被吸收, 燃烧 10 min 后, 用氢氧化钠标准溶液(4.2.12)滴定至由红紫色变为亮绿色, 然后以 $1\ 000\ \text{mL}/\text{min} \sim 1\ 200\ \text{mL}/\text{min}$ 的氧气流量, 由两通活塞(9)控制间歇通氧 5 min, 如溶液呈红紫色, 继续以氢氧化钠标准溶液(4.2.12)滴定至亮绿色, 停止通氧, 再用上

4.2 试剂及材料

除非另有说明,分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

- 4.2.1 氧气,纯度大于 99.5%。
- 4.2.2 高温燃烧管,直径×长度,20 mm~24 mm×600 mm。
- 4.2.3 瓷舟,预先在 1 400℃的高温燃烧管中通氧燃烧 5 min,冷却备用。
- 4.2.4 高纯铁,粉状,硫量小于 0.001 0%。
- 4.2.5 五氧化二钒,硫量小于 0.001 0%。
- 4.2.6 硅胶、活性氧化铝或高氯酸镁。
- 4.2.7 碱石灰或氢氧化钠,粒状。
- 4.2.8 铬酸饱和和硫酸,于硫酸(ρ 1.84 g/mL)中加入重铬酸钾或无水铬酸使其饱和,使用上部澄清溶液。
- 4.2.9 吸收液,移取 3.5 mL 过氧化氢(30%),用水稀释至 1 000 mL,混匀。
- 4.2.10 混合指示剂,称取 0.125 0 g 甲基红和 0.083 0 g 次甲基蓝,用无水乙醇溶解并稀释至 100 mL。
- 4.2.11 氨基磺酸标准溶液
称取约 0.100 0 g(精确至 0.1 mg)预先在真空硫酸干燥器中干燥约 48 h、纯度大于 99.90%的氨基磺酸($\text{NH}_2\text{SO}_3\text{H}$)于 300 mL 烧杯中,用 30 mL 水使之完全溶解,移入 500 mL 棕色容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。
- 4.2.12 氢氧化钠标准溶液, $c(\text{NaOH})=0.005 \text{ mol/L}$ 。
- 4.2.12.1 配制:称取 0.200 0 g 氢氧化钠溶解于 1 000 mL 水中,加入 1 mL 新配制的氢氧化钡饱和溶液,混匀,隔绝二氧化碳放置 2 日~3 日,使用时取上部澄清液。
- 4.2.12.2 标定:移取 20.00 mL 氨基磺酸标准溶液(4.2.11)于 250 mL 锥形瓶中,加入 100 mL 水,加入 10 滴溴百里香酚蓝指示剂(0.1%),立即用氢氧化钠标准溶液(4.2.12.1)滴定至溶液由黄色变为纯蓝色并保持 30 s 不褪色为终点。
- 4.2.12.3 计算:用 120 mL 水按标定中自加入 10 滴百里香酚蓝指示剂(0.1%)做空白实验。

按公式(1)计算氢氧化钠标准溶液浓度:

$$c = \frac{1\,000 \times m \times f \times 20/500}{97.093 \times (V_1 - V_0)} = \frac{m \times f \times 40}{97.093 \times (V_1 - V_0)} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

c ——氢氧化钠标准溶液的浓度, mol/L;

m ——氨基磺酸的称取量, g;

f ——氨基磺酸的纯度, %;

V_1 ——标定时所消耗的氢氧化钠标准溶液的体积, mL;

V_0 ——标定时空白试验所消耗的氢氧化钠标准溶液的体积, mL;

97.093——氨基磺酸的摩尔质量, g/mol。

4.3 仪器及装置

4.3.1 定硫装置见图 2。

4.3.2 吸收瓶见图 3。

金属铬 硫含量的测定 红外线吸收法和燃烧中和滴定法

警告:使用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

本部分规定了红外线吸收法和燃烧中和滴定法测定金属铬中硫含量。

本部分适用于金属铬中硫含量的测定。其中红外法测定范围(质量分数):0.005%~0.045%;燃烧中和滴定法测定范围(质量分数):0.005%~0.070%。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过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

试样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,二氧化硫吸收某特定波长的红外能,其吸收能与二氧化硫浓度成正比,根据检测器接受能量的变化可测得硫量。

3.2 试剂和材料

除非另有说明,分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

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,硫量小于 0.000 2%,粒度 0.8 mm~1.4 mm。

3.2.5 锡粒,硫量小于 0.000 3%,粒度 0.4 mm~0.8 mm。

3.2.6 纯铁,纯度大于 99.80%,硫量小于 0.000 5%,粒度 0.8 mm~1.68 mm。

3.2.7 氧气,纯度大于 99.95%,其他级别的氧气若能获得低而一致的空白值时,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)小于 0.5%。

3.2.9 陶瓷坩埚,直径×高度,23 mm×23 mm 或 25 mm×25 mm,并在高于 1 200℃的高温加热炉中灼烧 4 h 或通氧灼烧至空白值为最低。

3.2.10 坩埚钳。

3.3 仪器

3.3.1 红外线吸收定硫仪(灵敏度为 1.0×10^{-6})其装置见图 1。