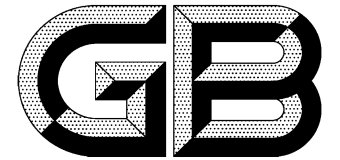


ICS 77.100
H 11



中华人民共和国国家标准

GB/T 7731.12—2008
代替 GB/T 7731.12—1988、GB/T 7731.13—1988

GB/T 7731.12—2008

钨铁 硫含量的测定 红外线吸收法和燃烧中和滴定法

Ferrotungsten—Determination of sulfur content—
Infrared absorption method and combustion titration method

中华人民共和国
国家标准
钨铁 硫含量的测定
红外线吸收法和燃烧中和滴定法
GB/T 7731.12—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:155066·1-32273 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 7731.12—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 7731.12—1988《钨铁化学分析方法 红外线吸收法测定硫量》、GB/T 7731.13—1988《钨铁化学分析方法 燃烧中和滴定法测定硫量》的整合修订。

本部分代替 GB/T 7731.12—1988《钨铁化学分析方法 红外线吸收法测定硫量》、GB/T 7731.13—1988《钨铁化学分析方法 燃烧中和滴定法测定硫量》。

本部分与 GB/T 7731.12—1988 和 GB/T 7731.13—1988 比较,主要变化如下:

- 确定了燃烧中和滴定法的检测下限为 0.005 0%;
- 修改了燃烧中和滴定法的允许差;
- 红外线吸收法的检测下限由 0.015% 修改为 0.005 0%;
- 修改了红外线吸收法的允许差。

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: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、李雅华、于桂萍。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 7731.12—1988;
- GB/T 7731.13—1988。

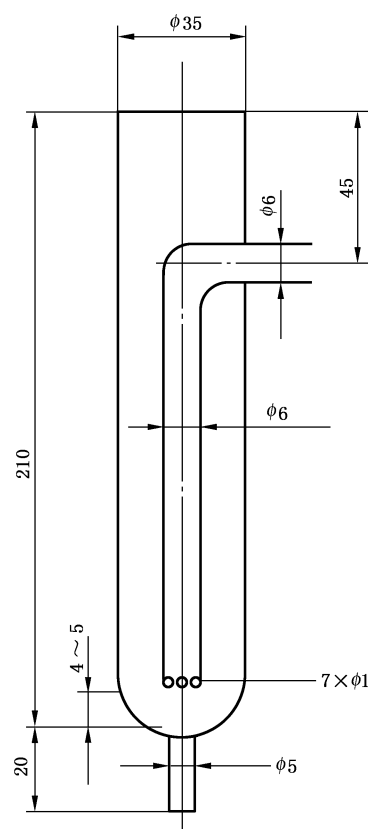


图 3

4.4 取制样

按 GB/T 4010 规定进行取制样,试料应全部通过 0.088 mm 筛孔。

4.5 分析步骤

4.5.1 试料量

称取 0.500 g 试料(精确至 0.000 1 g)

4.5.2 测定

4.5.2.1 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℃~1 450℃。

4.5.2.2 移取 40 mL 吸收液(4.2.7)于吸收瓶(16)中,加入 5 滴混合指示剂(4.2.8),以 700 mL/min~900 mL/min 的流量通氧约 5 min,以赶走溶液中二氧化硫,此时溶液如呈紫红色,则滴加氢氧化钠标准滴定溶液(4.2.10)至溶液为亮绿色。

4.5.2.3 将试料(4.5.1)置于瓷舟(4.2.3)中,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。

4.5.2.4 以 200 mL/min 的流量通入氧气使试料燃烧 5 min,再以 700 mL/min~900 mL/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,用氢氧化钠标准滴定溶液(4.2.10)滴定至溶液由紫红色变为亮绿色,然后以 1 000 mL/min~1 200 mL/min 的氧气流量由两通阀(9)控制间歇通氧 5 min,如溶液呈紫红色,继续以氢氧化钠标准滴定溶液(4.2.10)滴定至亮绿色。停止通氧,再用上述吸收液洗涤干燥管(15)及连接部位的管道,导入吸收瓶中,如溶液呈紫红色,则继续以氢氧化钠标准滴定溶液(4.2.10)滴定至亮绿色为终点。

4 方法二 燃烧中和滴定法

4.1 原理

试料在氧气流中燃烧,将硫全部氧化为二氧化硫,吸收于过氧化氢溶液中使其成为硫酸,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定。

4.2 试剂和材料

本部分中所用水均为煮沸驱尽二氧化碳并已冷却的蒸馏水。

4.2.1 氧气,纯度大于 99.5%。

4.2.2 高温燃烧管, $\phi \times L(\text{mm})$, $(20 \sim 24) \times 600$ 。

4.2.3 瓷舟:预先在 1 400℃ 的高温燃烧管中通氧灼烧 5 min,冷却备用。

4.2.4 硅胶、活性氧化铝或高氯酸镁,固体。

4.2.5 碱石灰或氢氧化钠,粒状。

4.2.6 铬酸饱和溶液,在硫酸($\rho 1.84 \text{ g/mL}$)中加入重铬酸钾或无水铬酸使其饱和,使用上部澄清液。

4.2.7 吸收液,移取 3.5 mL 过氧化氢(30%)用水稀释至 1 000 mL,混匀。

4.2.8 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。

4.2.9 氨基磺酸标准溶液,称取约 0.10 g(精确至 0.000 1 g)预先于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。

4.2.10 氢氧化钠标准滴定溶液, $c(\text{NaOH})=0.005 \text{ mol/L}$ 。

4.2.10.1 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。

4.2.10.2 标定:移取 20.00 mL 氨基磺酸标准溶液(4.2.9)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滴定溶液(4.2.10.1)滴定至溶液由黄色变为纯蓝色并保持 30 s 不褪色为终点。

4.2.10.3 用 120 mL 水按 4.2.10.2 中自加入 10 滴溴百里香酚蓝指示剂(0.1%)起做空白试验。

按公式(1)计算氢氧化钠标准滴定溶液的浓度:

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

式中:

c ——氢氧化钠标准溶液的物质的量浓度, 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滴定溶液的体积, mL;

V_0 ——标定时空白试验所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

97.093——氨基磺酸的摩尔质量, g/mol。

4.3 仪器及设备

4.3.1 定硫装置见图 2。

4.3.2 吸收瓶见图 3。

钨铁 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

本部分规定了用红外线吸收法和燃烧中和滴定法测定硫含量。

本部分适用于钨铁中硫含量测定,红外线吸收法的测定范围(质量分数):0.005 0%~0.25%;燃烧中和滴定法的测定范围(质量分数):0.005 0%~0.25%。

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,其吸收能与其浓度成正比,根据检测器接受能量的变化可测得硫量。

3.2 试剂与材料

3.2.1 高氯酸镁,无水、颗粒。

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,碳量小于 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 0.002%,粒度 0.8 mm~1.68 mm。

3.2.7 氧气,纯度大于 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,氮气和压缩空气,其杂质(水和油)含量小于 0.5%。

3.2.9 陶瓷坩埚, $\phi \times h(\text{mm})$, 23×23 或 25×25 ,并于大于 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 仪器及设备

3.3.1 红外线吸收定硫仪(灵敏度为 1×10^{-6})

其装置如图 1。