

ICS 77.100
H 11



中华人民共和国国家标准

GB/T 8704.3—2009
代替 GB/T 8704.3—1997

GB/T 8704.3—2009

钒铁 硫含量的测定 红外线吸收法及燃烧中和滴定法

Ferrovandium—Determination of sulfur content—
The infrared absorption method and the combustion-neutralization
titration method

中华人民共和国
国家标准
钒铁 硫含量的测定
红外线吸收法及燃烧中和滴定法
GB/T 8704.3—2009

*

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 12 千字
2009年11月第一版 2009年11月第一次印刷

*

书号: 155066·1-38987 定价 16.00 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 8704.3—2009

2009-07-15 发布

2010-04-01 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

$$w(S) = \frac{V \cdot c \times 0.016\ 03}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

V ——滴定试样溶液所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的物质的量浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试样量,单位为克(g);

0.016 03——1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液(1.000 mol/L)相当于硫的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

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
0.005~0.015	0.002
>0.015~0.025	0.003
>0.025~0.045	0.004
>0.045~0.070	0.006
>0.070~0.120	0.008

5 试验报告

试验报告应包括下列内容:

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

前 言

本部分代替 GB/T 8704.3—1997《钒铁化学分析方法 红外线吸收法及燃烧中和滴定法测定硫量》。

本部分与 GB/T 8704.3—1997 比较,主要变化为:

——将方法一中称样量由 0.500 g、0.200 g 两档调整为一档 0.200 g;

——将方法一中的铁助熔剂加入量由 0.50 g 调整为 0.20 g;

——将方法一中一、二档允许差合并为硫含量 0.005%~0.015%,允许差 0.002%;

——将方法二的测定范围由<0.120%改为 0.005%~0.120%。

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:四川川投峨眉铁合金(集团)有限责任公司。

本部分主要起草人:唐华应、方艳、薛秀萍。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 8704.3—1988、GB/T 8704.4—1988、GB/T 8704.3—1997。

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(1 g/L),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 不褪为终点。

4.2.10.3 计算

用 120 mL 水按 4.2.10.2 中自加入 10 滴溴百里香酚蓝指示剂(1 g/L)起做空白试验。

按式(1)计算氢氧化钠标准滴定溶液的浓度:

$$c = \frac{1000 \times m \times f \times \frac{20}{500}}{97.093 \times (V_1 - V_0)} = \frac{m \times f \times 40}{97.093 \times (V_1 - V_0)} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的物质的量浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——氨基磺酸的称取质量,单位为克(g);

f ——氨基磺酸的质量分数;

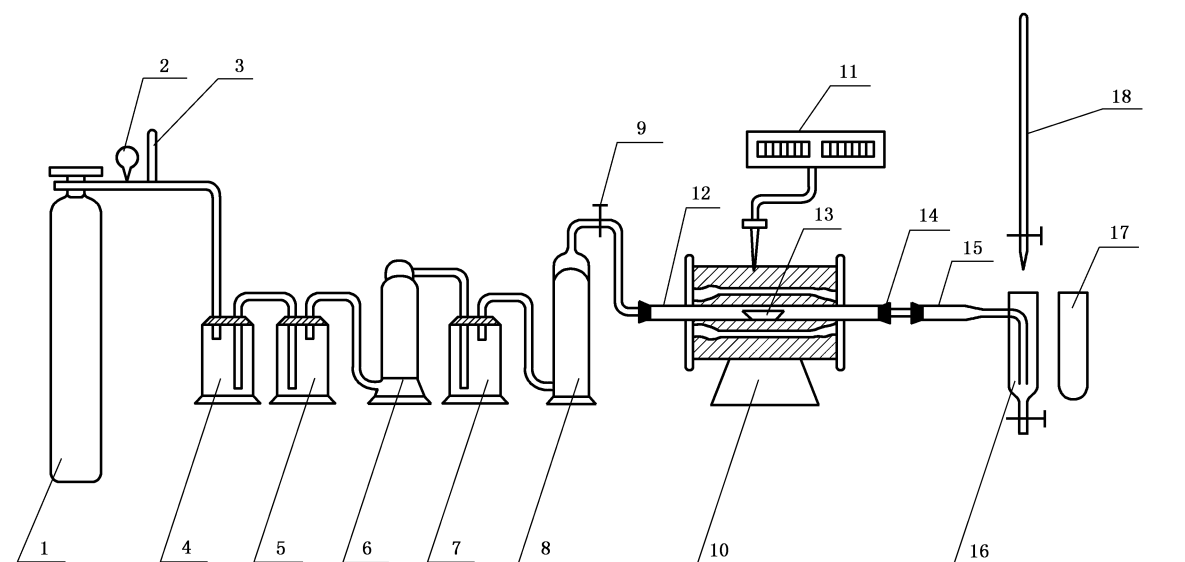
V_1 ——标定时所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

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,单位为毫升(mL);

97.093——氨基磺酸的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

4.3 仪器及设备

4.3.1 燃烧中和滴定法定硫装置见图 2。



- | | |
|---------------------------------|--|
| 1——氧气瓶; | 10——高温燃烧炉(长约 300 mm); |
| 2——氧气压力表; | 11——自动温度控制器(附热电偶),控制炉温在 1 400 °C~1 450 °C; |
| 3——流量计; | 12——高温燃烧管; |
| 4——缓冲瓶; | 13——瓷舟; |
| 5——洗气瓶,内盛铬酸饱和硫酸; | 14——硅胶塞; |
| 6——干燥塔,内盛碱石灰或氢氧化钠(粒状); | 15——干燥管; |
| 7——洗气瓶,内盛硫酸(ρ 1.84 g/mL); | 16——吸收瓶(不带浮珠); |
| 8——干燥塔,内盛硅胶、活性氧化铝; | 17——参比液; |
| 9——两通活塞; | 18——微量滴定管。 |

图 2 定硫装置示意图

钒铁 硫含量的测定 红外线吸收法及燃烧中和滴定法

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

GB/T 8704 的本部分规定了用红外线吸收法及燃烧中和滴定法测定钒铁中硫含量。

本部分适用于钒铁中硫含量的测定。测定范围(质量分数):0.005%~0.120%。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 8704 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,二氧化硫吸收某特定波长的红外能,其吸收能与硫的浓度成正比,根据检测器接受能量的变化可测得硫量。

3.2 试剂和材料

- 3.2.1 丙酮:蒸发后的残余物含硫量小于 0.000 5%。
- 3.2.2 高氯酸镁,无水、粒状。
- 3.2.3 烧碱石棉,粒状。
- 3.2.4 玻璃棉。
- 3.2.5 钨粒:硫量小于 0.000 2%,粒度 0.8 mm~1.4 mm。
- 3.2.6 锡粒:硫量小于 0.000 2%,粒度 0.4 mm~0.8 mm。必要时应用丙酮(3.2.1)清洗表面,并在室温下干燥。
- 3.2.7 纯铁:纯度大于 99.8%,硫量小于 0.000 2%,粒度 0.8 mm~1.6 mm。
- 3.2.8 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。
- 3.2.9 动力气源:氮气或压缩空气,其杂质(水和油)含量小于 0.5%。
- 3.2.10 瓷坩埚:直径×高度,23 mm×23 mm 或 25 mm×25 mm,并在高于 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。
- 3.2.11 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 0.1×10^{-6}),其装置如图 1。