

ICS 77.080.01
H 11



中华人民共和国国家标准

GB/T 223.72—2008
代替 GB/T 223.72—1991

GB/T 223.72—2008

钢铁及合金 硫含量的测定 重量法

Iron, steel and alloy—Determination of sulfur content—Gravimetric method

中华人民共和国
国家标准
钢铁及合金 硫含量的测定 重量法
GB/T 223.72—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

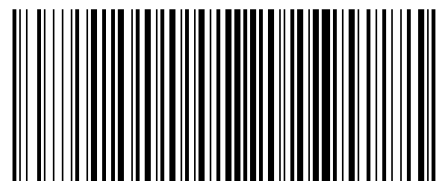
*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 23 千字
2008年7月第一版 2008年7月第一次印刷

*

书号:155066·1-32348 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 223.72-2008

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

附录 A
(资料性附录)

国际合作试验补充信息

试验数据源自于 2000 年 ISO 文件 ISO/TC 17/SC 1N 1267。精密度数据的曲线图见附录 B。

试验采用的样品列于表 A.1。国际合作试验结果见表 A.2。

表 A.2 的数据来源于 1999 年 3 个国家 8 个实验室对钢铁样品进行国际分析试验的结果。

表 A.1 试验用样品

编号	样品	S	C	Si	Mn	Cr	Ni	其他
1	YSB C 11417b-95	0.003	0.72	0.34	0.18	—	0.013	Cu 0.024
2	JSS 651-14	0.005 8	0.046	0.005 8	1.19	18.26	9.03	Cu 0.12, Mo 0.11, Co 0.17
3	GBW01122	0.010	1.89	1.27	1.29	24.58	2.18	Mo 0.61, V 0.26, Ti 0.038
4	JSS 519-1	0.022	0.39	0.25	0.70	0.120	0.056	Cu 0.105, Pb 0.097
5	GSB H 40123	0.056	0.741	0.821	1.39	0.016	0.016	Cu 0.015 4, V 0.157
6	NIST SRM368	0.132	0.089	0.007	0.82	0.030	0.008	Mo 0.003, V 0.001
7	ECRM484-1	0.230	3.20	0.717	0.395	0.155	—	
8	ECRM085-1	0.336	0.067	0.008	0.977	—	—	Cu 0.291, Co 0.019 Pb 0.001 0, Sb 0.007 3 V 0.002 1

表 A.2 国际合作试验数据

编号	样品	标准值	测定值		精密度数据		
			\bar{w}_{S1}	\bar{w}_{S2}	重复性 r	再现性 R_w R	
1	YSB C 11417b-95	0.003	0.002 683	0.002 679	0.000 539	0.000 416	0.000 638
2	JSS 651-14	0.005 8	0.006 036	0.006 018	0.000 808	0.001 000	0.001 334
3	GBW01122	0.010	0.009 521	0.009 357	0.001 771	0.001 601	0.002 279
4	JSS 519-1	0.022	0.021 69	0.022 017	0.001 833	0.002 592	0.004 769
5	GSB H 40123	0.056	0.053 62	0.052 938	0.002 100	0.005 377	0.010 715
6	NIST SRM368	0.132	0.128 2	0.127 346	0.003 182	0.004 464	0.014 285
7	ECRM484-1	0.230	0.235 5	0.237 517	0.004 200	0.012 886	0.031 861
8	ECRM085-1	0.336	0.340	0.338 906	0.009 431	0.014 758	0.035 301

\bar{w}_{S1} 同一天测定数据的平均值。
 \bar{w}_{S2} 不同天测定数据的平均值。

前 言

GB/T 223 的本部分此次修订,名称改为《钢铁及合金 硫含量的测定 重量法》,内含两个分析方法:

- 方法一 重量法;
- 方法二 氧化铝色层分离-硫酸钡重量法。

本部分方法一为等同采用 ISO 4934:2003(E)。

为便于使用,本部分做了下列编辑性修改:

- “本国际标准”一词改为“本部分”;
- 用小数点“.”代替作为小数点的逗号“,”;
- 删除国际标准的前言;
- “规范性引用文件”中,被引用的国际文件或所引用的具体条款与国内文件完全一致的,用国内文件代替。

本部分代替 GB/T 223.72—1991《钢铁及合金化学分析方法 氧化铝色层分离-硫酸钡重量法测定硫量》。

本部分方法一与 GB/T 223.72—1991 相比较,主要做了以下修改:

- 溶样时盛有试料和试剂的锥形瓶和一冷凝器相连,以更好地控制试样溶解速度,以免试样溶解太快,有少量硫未被氧化成硫酸根而以硫化氢形式逸出。
- 加入沉淀剂时,先加入将 SO_4^{2-} 全部沉淀所需的 $BaCl_2$ 的大约量,放置 1 h 后,再加入约 25 mg 的 $BaCl_2$ 。试料中 S 含量控制在约(1.5~5.5)mg 的范围内,沉淀剂 $BaCl_2$ 过量约(0.7~3)倍;而 GB/T 223.72—1991 中一次加入 $BaCl_2$ 约 500 mg,沉淀剂 $BaCl_2$ 过量约(15~30)倍。

本部分方法二与 GB/T 223.72—1991 相比较,主要做了以下修改:

- 增加了分析中对试剂和水的说明内容并修改溶液浓度的表示方法;
- 修改了结果计算式中量的表示;
- 规范了精密度函数式的说明。

本部分的附录 A 和附录 B 均为资料性附录。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由全国钢标准化技术委员会归口。

本部分主要起草单位:中国钢研科技集团公司。

本部分主要起草人:范晓芸、柯瑞华、范椿祺。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 223.72—1981、GB/T 223.72—1991。

30 mL 水分两次洗涤色层柱,弃去试液及洗液。用水将色层柱下端洗净,换一个 100 mL 烧杯,依次用 10 mL 氢氧化铵(4.2.18)和 35 mL 氢氧化铵(4.2.19)洗脱色层柱上的硫酸根,流速控制在 5 mL/min~6 mL/min,将收集洗脱液的烧杯取出。色层柱先用 20 mL 水,再用 20 mL 盐酸(4.2.12)洗涤后供下次分离用。如不继续使用,应再加 20 mL 盐酸(4.2.12)保存在柱内。

4.5.3.5 于洗脱液中加 1 滴甲基红溶液(4.2.22),滴加盐酸(4.2.11)中和至出现红色不退并过量 0.5 mL(溶液中如发现活性氧化铝从色层柱中漏出,需过滤除去,用水洗涤烧杯及滤纸 5 次~6 次,滤液蒸发浓缩体积至约 45 mL)。

4.5.3.6 加 1 mL 冰乙酸(4.2.3),加 5 滴过氧化氢(4.2.4)还原并络合带下的少量的铬离子,待蓝色完全退去后,加 10 mL 乙醇(4.2.5),混匀,加热至近沸,滴加 5 mL 氯化钡溶液(4.2.21),同时搅拌至出现沉淀,盖上表面皿,在 60℃~80℃保温 2 h 或静置过夜。

4.5.3.7 用 9 cm 密滤纸过滤,用硝酸铵溶液(4.2.20)洗净烧杯及滤纸,每次用 2 mL,洗至无氯离子[用硝酸银溶液(4.2.16)检查],沉淀及滤纸移入已恒量的铂坩埚中,于低温碳化后在 800℃~850℃的高温炉中灼烧 30 min 以上,取出置于干燥器中,冷却至室温,称量。反复灼烧至恒量。减去空坩埚的质量即为硫酸钡的质量。

注:用硝酸铵溶液转移和洗涤沉淀时,用小滴管便于控制体积。洗涤时宜将漏斗颈中的水柱断开,以防止氯离子扩散不易洗净。一般需洗 12 次~13 次。

4.5.3.8 校正曲线的绘制:移取相当于 7 mg、15 mg、20 mg、30 mg、40 mg 硫酸钡的硫标准溶液(4.2.23)两份,分别置于 100 mL 烧杯中,加 13 mL 氢氧化铵(4.2.18),用水稀释体积约为 45 mL,以下按 4.5.3.5~4.5.3.7 进行。加入的硫量(以硫酸钡计)为横坐标,测得的硫酸钡的质量减去理论值所得差值的平均值为纵坐标绘制校正曲线。

注:在一般情况下,如果硫酸钡沉淀控制在 7 mg~40 mg,其测得硫酸钡质量与理论值相对误差在 1%以下,可不予校正。

4.6 结果计算

4.6.1 计算方法

硫含量以质量分数 $w(S)$ 计,数值以 % 表示,按公式(2)计算:

$$w(S) = \frac{[(m_1 - m_2) + m_3] \times 0.1374}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- m_1 ——试料中测得硫酸钡的质量,单位为克(g);
- m_2 ——空白试验两次结果的平均值,单位为克(g);
- m_3 ——从校正曲线上查得 m_1 的校正值,单位为克(g);
- m ——试料的质量,单位为克(g);

0.1374——由硫酸钡换算到硫的换算系数。

4.6.2 精密度

本部分的精密度是由 11 个实验室对 8 个硫的水平进行测定,每个实验室对每个硫的水平按照 GB/T 6379.1 的规定重复性条件下测定 3 次。

根据 GB/T 6379.2,对得到的结果进行统计分析,精密度见表 3。

表 3 精密度结果

硫的质量分数/%	重复性限 r	再现性限 R
0.004~0.122	$\lg r = -1.4685 + 0.7597 \lg m$	$\lg R = -1.1662 + 0.8219 \lg m$
式中: m 是两个测定值的平均值,单位为%(质量分数)。		

重复性限(r)、再现性限(R)按以上表 3 给出的方程求得。

钢铁及合金 硫含量的测定 重量法

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 223 的本部分规定了用重量法测定钢铁中硫的含量,含硒钢除外。本方法特别适合作为标准样品定值用的参考方法。

本部分方法一适用于质量分数为 0.003%~0.35% 的硫含量的测定;本部分方法二适用于质量分数为 0.003%~0.20% 的硫含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 223 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 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:确定标准测量方法的重复性和再现性的基本方法(GB/T 6379.2—2004,ISO 5725-2:1994,IDT)

GB/T 20066 钢和铁 化学成分测定用试样的取样和制样方法(GB/T 20066—2006,ISO 14284:1996,IDT)

ISO 565 试验筛 金属丝网和穿孔板-孔径公称尺寸

ISO 3696 分析实验室用水 规格和试验方法

ISO 5725-3 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第 3 部分:标准测量方法精密度的中间度量

3 方法一 重量法

3.1 原理

在有溴的情况下,试样在稀硝酸或盐酸-硝酸的混合酸中溶解(借助适当设备防止硫的损失)。冒高氯酸烟,过滤除去硅、钨、铌等脱水物。滤液中准确加入一定量的硫酸根离子辅助沉淀,通过色层分离,硫酸根离子被吸附在氧化铝色层柱上,用稀氨水将其洗脱,硫酸根以硫酸钡形式沉淀,过滤,洗涤,灼烧,称量。

3.2 试剂与材料

分析中仅使用确认为分析纯的试剂和 ISO 3696 中规定的二级水。

3.2.1 氧化铝,为色层分离制备的氧化铝,颗粒大小相当于 75 μm ~150 μm 筛目(ISO 565 补充系列 R40/3)。

可使用标明碱性、中性、酸性的氧化铝。

将大约 200 g 干燥的氧化铝放入盛有 300 mL 水的 400 mL 烧杯中,将烧杯放在水槽中,插入一根内径 5 mm 的玻璃管,并伸到烧杯底部,另一端与供水管相接,调节水流使悬浮的细颗粒从烧杯边缘溢出。连续这个操作直到停止水流一分钟内不沉淀的所有细颗粒全部溢出。倒出粗粒上面的清液,加入