

前 言

本标准在技术内容上与 JIS G 1324:1989《硅钙合金化学分析方法》中“7.3 燃烧碘酸钾滴定法和 7.5 红外线吸收法测定硫量”等效。

本次修订将 GB/T 4700.7—1988 及 GB/T 4700.8—1988 合并为一个标准,包括:方法 I 红外线吸收法测定硫量和方法 II 燃烧碘酸钾滴定法测定硫量。与原标准比较,红外线吸收法技术内容增加规定“每次分析后清扫仪器中的粉尘”;燃烧碘酸钾滴定法的测定范围由“ $<0.070\%$ ”改为“ $0.005\% \sim 0.070\%$ ”,试样熔融温度由“ $1\ 400 \sim 1\ 450^{\circ}\text{C}$ ”改为“ $1\ 350 \sim 1\ 400^{\circ}\text{C}$ ”。

本标准自实施之日起,代替 GB/T 4700.7—1988《硅钙合金化学分析方法 红外线吸收法测定硫量》及 GB/T 4700.8—1988《硅钙合金化学分析方法 燃烧碘酸钾滴定法测定硫量》。

本标准由原中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由原冶金部信息标准研究院归口。

本标准起草单位:新余钢铁有限公司、吉林铁合金厂、湖南铁合金厂。

本标准主要起草人:付韬、董明学、黄荣清、张水菊、张玉兰、黄静。

本标准于 1988 年首次发布。

中华人民共和国黑色冶金行业标准

硅钙合金化学分析方法 红外线吸收法和燃烧碘酸钾滴定法 测定硫量

YB/T 5317—2006
(GB/T 4700.7—1998 调整)

Methods for chemical analysis of calcium-silicon
The infrared absorption method and the combustion-potassium
iodate titration method for the determination of sulfur content

1 范围

本标准规定了用红外线吸收法及燃烧碘酸钾滴定法测定硫量。

本标准适用于硅钙合金中硫量的测定。测定范围:0.005%~0.070%。

2 方法 I 红外线吸收法测定硫量

2.1 方法提要

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。

2.2 试剂及材料

2.2.1 高氯酸镁:无水、粒状。

2.2.2 烧碱石棉:粒状。

2.2.3 玻璃棉。

2.2.4 钨粒:硫量小于0.0002%,粒度0.8~1.4mm。

2.2.5 锡粒:硫量小于0.0003%,粒度0.4~0.8mm。

2.2.6 纯铁:纯度大于99.8%,硫量小于0.002%,粒度0.8~1.68mm。

2.2.7 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时,也可以使用。

2.2.8 动力气源:氮气或压缩空气,其杂质(水和油)小于0.5%。

2.2.9 素质坩埚:外径×高度,23mm×23mm或25mm×25mm,并在1200℃的高温加热炉中灼烧4h或通氧灼烧至空白值为最低。

2.2.10 坩埚钳。

2.3 仪器及设备

2.3.1 红外线吸收定硫仪(灵敏度为 0.1×10^{-6}),其装置如图1:

2.3.1.1 洗气瓶(图注3):内装烧碱石棉(2.2.2)。

2.3.1.2 干燥管(图注4、9):内装高氯酸镁(2.2.1)。

2.3.2 气源