

前 言

本标准是根据中华人民共和国国家标准 GB/T 1.1—1993 标准化工作导则 第1单元:标准的起草与表述规则 第1部分:标准编写的基本规定和 GB 1.4—88 标准化工作导则 化学分析方法编写规定,对 GB 223.68—89 钢铁及合金化学分析方法 燃烧—碘酸钾容量法测定硫量进行修订。

根据 GB/T 1.1—1993 第4章的 4.2.3、4.3.3,以及 GB 1.4—88 第6章的 6.10 规定,这次修订中,增加了“前言”,第2章“引用标准”、第6章“取制样”和第10章“试验报告”,同时,去掉高硫吸收杯,仅以低硫吸收杯为吸收杯。

本标准的附录 A 和附录 B 都是提示的附录。

本标准从生效之日起,同时代替 GB 223.68—89。

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由全国钢标准化技术委员会技术归口。

本标准由上海第一钢铁厂、冶金工业部钢铁研究总院起草。

本标准主要起草人:徐明良、崔秋红、王玉兴。

本标准中,1981年以 GB 223.2(二)—81 首次发布,1989年以 GB 223.68—89 进行了修订并确定了方法精密度。

中华人民共和国国家标准

钢铁及合金化学分析方法 管式炉内燃烧后碘酸钾滴定法 测定硫含量

GB/T 223.68—1997

代替 GB 223.68—89

Methods for chemical analysis of iron, steel and alloy
The potassium iodate titration method after
combustion in the pipe furnace for the determination
of sulfur content

1 范围

本标准规定了用管式炉内燃烧后碘酸钾滴定法测定硫含量。

本标准适用于铁、钢、高温合金和精密合金中 0.003 0% (m/m) ~ 0.20% (m/m) 硫含量的测定。

2 引用标准

下列标准包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨、使用下列标准最新版本的可能性。

GB 222—84 钢的化学分析用试样 取样法及成品化学成分允许偏差

GB 6379—86 测试方法的精密度 通过实验室间试验确定标准测试方法的重复性和再现性

3 方法提要

试料与助熔剂在高温(1 250℃~1 350℃)管式炉中通氧燃烧,硫被完全氧化成二氧化硫,用酸性淀粉溶液吸收并以碘酸钾标准溶液滴定。根据消耗的碘酸钾溶液的体积,计算硫含量。

4 试剂和材料

4.1 氧 纯度不低于 99.5% (m/m)。

若怀疑氧中含有机杂质,则必须在净化装置(5.1)之前增加 1 只加热温度至 450℃ 以上的氧化催化剂[氧化铜(Ⅱ)或铂]管予以处理。

4.2 溶剂 适于洗涤试样表面的油质或污垢,如丙酮等。

4.3 无水氯化钙(固体)。

4.4 碘化钾(固体)。

4.5 碱石棉。

4.6 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。

4.7 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

4.8 氢氧化钾(100 g/L)。

4.9 助溶剂。

4.9.1 铁粉。

4.9.2 五氧化二钒 预先置于 600℃ 高温炉中灼烧 2 h~3 h, 冷却后置于磨口瓶中备用。

4.9.3 二氧化锡 筛选粒度为 0.125 mm 的二氧化锡盛于大瓷舟中, 于 1 300℃ 管式炉中通氧灼烧 2 min, 冷却后置于磨口瓶内备用。

4.10 淀粉吸收液 称取 10 g 可溶性淀粉(山芋粉), 用少量水调成糊状, 加入 500 mL 沸水, 搅拌, 加热煮沸后取下, 加 500 mL 水及 2 滴盐酸(ρ 1.19 g/mL)搅拌均匀后静置澄清, 使用时取 25 mL 上层澄清液, 加 15 mL 盐酸(ρ 1.19 g/mL)用水稀释至 1 000 mL, 混匀。

4.11 碘酸钾标准溶液

4.11.1 碘酸钾标准溶液 [$c(\frac{1}{6}KIO_3)=0.01 \text{ mol/L}$]

称取 0.356 0 g(准确至±0.1 mg)碘酸钾(基准试剂)溶于水后, 加 1 mL 氢氧化钾溶液(100 g/L), 移入 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度、混匀。

4.11.2 碘酸钾标准溶液 [$c(\frac{1}{6}KIO_3)=0.001 \text{ mol/L}$]

移取 100 mL 碘酸钾(4.11.1)于 1 000 mL 容量瓶中, 加 1 g 碘化钾(4.4)并使其溶解, 用水稀释至刻度、混匀。

4.11.3 碘酸钾标准溶液 [$c(\frac{1}{6}KIO_3)=0.000 25 \text{ mol/L}$]

移取 25.00 mL 碘酸钾(4.11.1)于 1 000 mL 容量瓶中, 加 1 g 碘化钾(4.4)并使其溶解, 用水稀释至刻度、混匀。

4.11.4 碘酸钾标准溶液的标定 称取三份与试样钢种相似、含量相近的标准样品, 按 7.3~7.6 操作。三份标准样品所消耗碘酸钾标准溶液毫升数的极差值不超过 0.20 mL, 即可取其平均值。按式(1)计算碘酸钾标准溶液对硫的滴定度。

$$T = \frac{S \cdot m}{(V - V_0) \cdot 100} \dots\dots\dots(1)$$

- 式中: T ——碘酸钾标准溶液对硫的滴定度, g/mL;
- S ——标准样品中的硫含量, % (m/m);
- V ——滴定标准样品消耗碘酸钾标准溶液的平均体积, mL;
- V_0 ——滴定空白试液消耗碘酸钾标准溶液的平均体积, mL;
- m ——试料量, g。

注: 标准样品必须是国家一级标准物质。

4.12 玻璃棉

5 仪器与设备

分析中, 除下列规定外, 仅用通常的实验室仪器、设备(见图 1)。

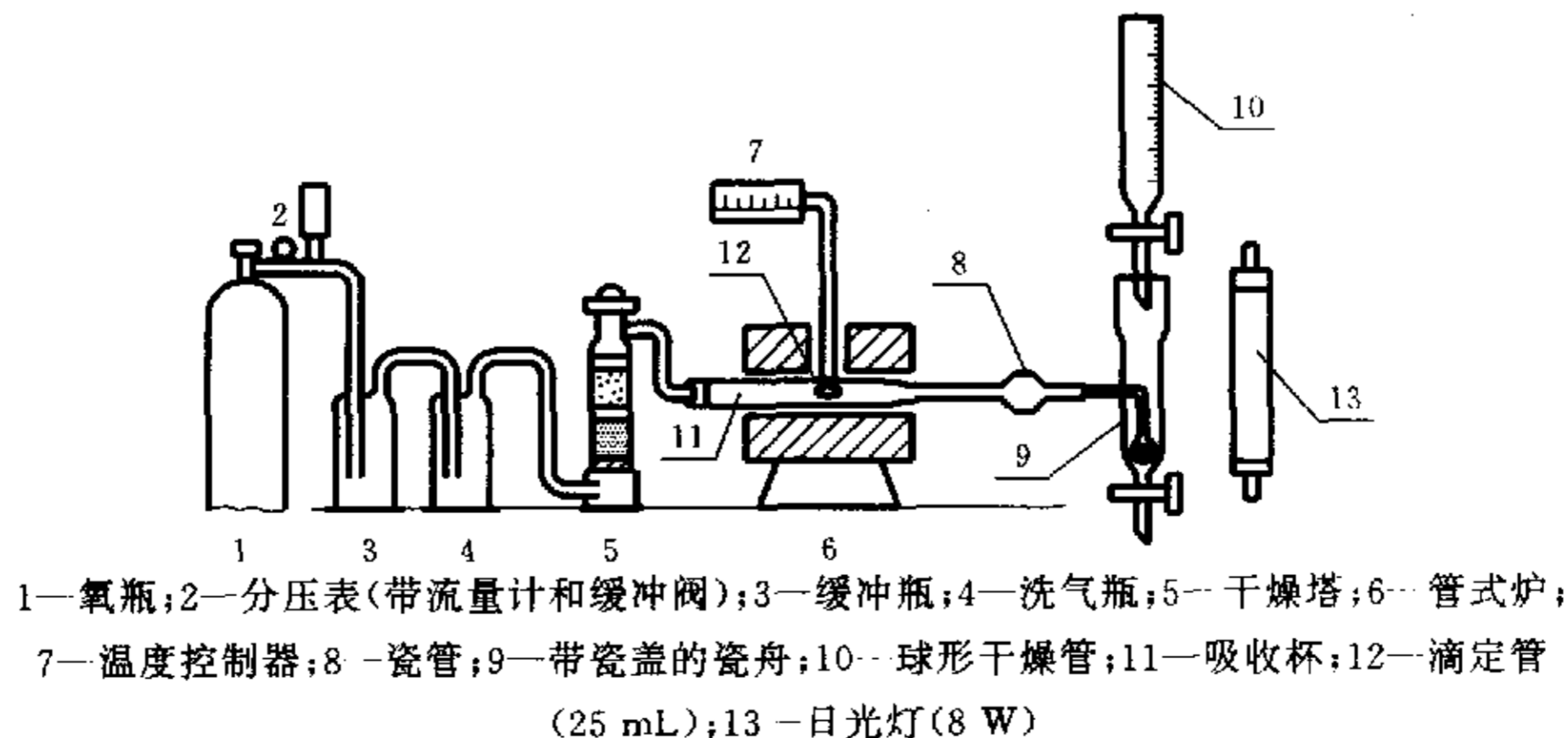


图 1 仪器与装置图