



中华人民共和国国家标准

GB/T 223.67—2008/ISO 10701:1994
代替 GB/T 223.67—1989

钢铁及合金 硫含量的测定 次甲基蓝分光光度法

Iron, steel and alloy—Determination of sulfur content—
Methylene blue spectrophotometric method

(ISO 10701:1994, IDT)

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 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

GB/T 223 的本部分等同采用 ISO 10701:1994《钢铁及合金 硫含量测定 次甲基蓝分光光度法》。

本部分等同翻译 ISO 10701:1994。

为便于使用,本部分做了下列编辑性修改:

- a) 本“国际标准”一词改为“本部分”;
- b) 用小数点“.”代替为用小数点“,”;
- c) 删除国际标准的前言。

本部分代替 GB/T 223.67—1989《钢铁及合金化学分析方法 还原蒸馏-次甲基蓝光度法测定硫量》,与其相比较,主要做了以下修改:

- 测定范围由 0.001%~0.030%调整为 0.000 3%~0.01%;
- “用溴使硫氧化,并蒸发驱尽硝酸”改为“用高氯酸冒烟氧化,并驱赶硝酸”;
- 试料量由 1.000 0 g 调整为根据含量不同分别为 0.50 g 和 1.0 g;
- 蒸馏和提纯装置有所改动。

本部分的附录 A、附录 B 都是资料性附录。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由全国钢铁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:杨桂香、滕璇。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

GB 223.2(三)—1981、GB 223.67—1989。

钢铁及合金 硫含量的测定

次甲基蓝分光光度法

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 的本部分规定了次甲基蓝光度法测定钢铁及合金中的硫含量。

本部分适用于钢铁及合金中质量分数为 0.000 3%~0.01% 硫含量的测定。铌、硅、钽和钛对硫的测定有干扰。根据干扰元素的含量,适用范围和试料量由表 1 给出。

表 1

干扰元素的最大允许含量(质量分数)/%				试料量 g	适用范围(质量分数)/%
Nb	Si	Ta	Ti		
0.5	1.0	0.3	1.0	1.0	0.000 3~0.001 0
1.0	2.0	0.6	2.0	0.50	0.001 0~0.010

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。

- ISO 377-2:1989 样品和锻造钢材试样的选择与制备 第 2 部分:化学成分测定用样品
- ISO 385-1:1984 实验室玻璃仪器 滴定管 第 1 部分:基本要求
- ISO 648:1977 实验室玻璃仪器 单标线移液管
- ISO 1042:1983 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶
- ISO 3696:1987 分析实验室用水规格及检验方法
- ISO 5725:1986 测量方法的精密度 通过实验室间试验确定标准测量方法的重复性和再现性

3 原理

试料溶解于盐酸-硝酸混合酸中,用高氯酸蒸发至冒白烟,驱赶盐酸和硝酸。用盐酸溶解盐类,以氢碘酸和次磷酸的混合物为还原剂,在氮气流下生成的硫化氢,蒸馏,用乙酸锌溶液吸收。通过与 N,N-二甲基对苯二胺溶液和三价铁溶液作用,生成次甲基蓝。于波长 665 nm 处测量其吸光度。

4 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用硫含量很低的、认可的分析纯试剂和新制备的、ISO 3696 中规定的 2 级水。

- 4.1 盐酸, ρ 约 1.19 g/mL。
- 4.2 盐酸, ρ 约 1.19 g/mL,稀释为 1+15。
- 4.3 高氯酸, ρ 约 1.54 g/mL。