



中华人民共和国国家标准

GB/T 223.72—2008
代替 GB/T 223.72—1991

钢铁及合金 硫含量的测定 重量法

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

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

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章条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。

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