



中华人民共和国国家标准

GB/T 3654.6—2008
代替 GB/T 3654.6~3654.7—1983

铌铁 硫含量的测定 燃烧碘量法、 次甲基蓝光度法和红外线吸收法

Ferroniobium—Determination of sulfur content—
Combustion-iodate titrimetric method, methylene blue
photometric method and infrared absorption 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 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本部分是对 GB/T 3654.6—1983《铌铁化学分析方法 燃烧碘量法测定硫量》和 GB/T 3654.7—1983《铌铁化学分析方法 次甲基蓝光度法测定硫量》的整合修订。

本部分代替 GB/T 3654.6—1983 和 GB/T 3654.7—1983。

本部分与 GB/T 3654.6—1983 和 GB/T 3654.7—1983 比较,主要进行的修订是:
增加了红外线吸收法。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由冶金工业信息标准研究院归口。

本部分起草单位:中钢集团吉林铁合金股份有限公司。

本部分主要起草人:杨帆、高林、刘冰、于桂萍。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 3654.6—1983;

——GB/T 3654.7—1983。

铌铁 硫含量的测定 燃烧碘量法、 次甲基蓝光度法和红外线吸收法

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

本部分规定了用碘量法、次甲基蓝光度法和红外线吸收法测定铌铁中硫的含量。

本部分适用于铌铁中硫含量的测定。碘量法的测定范围(质量分数)：0.035%~0.090%；次甲基蓝光度法的测定范围(质量分数)：0.005 0%~0.035%；红外线吸收法的测定范围(质量分数)：0.005 0%~0.090%。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过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 4010 铁合金化学分析用试样的采取和制备

3 方法一 碘量法

3.1 原理

试样于1 300℃的高温炉中加热并通氧燃烧，使硫氧化成二氧化硫，被淀粉溶液吸收后，以碘酸钾标准滴定溶液滴定至浅蓝色为终点，计算出硫的含量。

3.2 试剂与材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或与其纯度相当的水。

3.2.1 五氧化二钒，固体。

3.2.2 硫酸铅和五氧化二钒混合物，称取0.037 8 g硫酸铅、9.962 2 g五氧化二钒，置于玛瑙研钵中，充分研磨，使硫酸铅和五氧化二钒混匀。

3.2.3 淀粉溶液，称取10 g可溶性淀粉，用少量水调成糊状，加入500 mL沸水，搅匀，加热煮沸，取下，加入500 mL水，10滴盐酸(ρ 1.19 g/mL)，搅拌均匀后静置澄清。使用时取25 mL上面澄清液，加15 mL盐酸(ρ 1.19 g/mL)，以水稀释至1 000 mL，混匀。

3.2.4 碘酸钾标准滴定溶液

3.2.4.1 称取0.356 7 g碘酸钾溶于水后，移入1 000 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。移取200 mL碘酸钾，置于1 000 mL容量瓶中，加入1 g碘化钾，待其溶解后，以水稀释至刻度，混匀。

3.2.4.2 碘酸钾标准滴定溶液的标定：称取0.500 0 g硫酸铅和五氧化二钒混合物(3.2.2)，置于瓷舟中，以下按3.5.2.2进行。根据所消耗碘酸钾标准滴定溶液的体积，按式(1)计算碘酸钾标准滴定溶液的滴定度。

$$T = \frac{m_1 \times 0.105 5}{V_1} \dots\dots\dots(1)$$

式中：

T ——碘酸钾标准滴定溶液相当于硫的滴定度，单位为克每毫升(g/mL)；

m_1 ——称取硫酸铅的量，单位为克(g)；