

ICS 77.100

H 42

YB

中华人民共和国黑色冶金行业标准

YB/T 4551—2016

硫 铁

Ferrous sulfide

2016-07-11 发布

2017-01-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国钢铁工业协会提出。

本标准由全国生铁及铁合金标准化委员会(SAC/TC 318)归口。

本标准起草单位：武汉钢铁(集团)公司、河南豫中铁合金有限公司、河南颍川新材料股份有限公司、冶金工业信息标准研究院。

本标准主要起草人：刘良田、刘集中、孙玉福、芦永军、李士宏、樊安定、刘林虎、芦亚楠、王文杰、张树奇、石聪颖、陈自斌、卢春生。

硫 铁

1 范围

本标准规定了硫铁(FeS)的技术要求、试验方法、检验规则及包装、贮存、运输和质量证明书。
本标准适用于冶炼、铸造用的硫铁。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 3650 铁合金验收、包装、储运、标志和质量证明书的一般规定

GB/T 4010 铁合金化学分析用试样的采取和制备

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 13247 铁合金产品粒度的取样和检测方法

3 技术要求

3.1 牌号、化学成分

硫铁的牌号、化学成分应符合表1的规定。

表 1

牌号	化学成分范围/%					
	S	Fe	Cr	Ti	P	Mn
FeS25	23.0~27.0	≥65.0	≤0.30	≤0.030	≤0.050	≤1.0
FeS29	>27.0~32.0	≥60.0	≤0.30	≤0.030	≤0.030	≤1.0

注: Cr、Ti、P、Mn 等含量根据双方协议可不作为交货条件。

3.2 粒度

硫铁的粒度应符合表2的规定。

表 2

粒 级	粒度/mm	粒度偏差(质量分数)/%	
		筛上物	筛下物
1	10~50	筛上物≤5.0,最大粒度≤60mm	筛下物≤10
2	5~20	筛上物≤5.0,最大粒度≤25mm	筛下物≤10
3	≤3	—	—

4 试验方法

4.1 取样

按 GB/T 4010 规定的取样方法进行。

4.2 制样

试样的制备按 GB/T 4010 规定的制样方法进行。

4.3 化学成分分析

化学成分分析见表3。

表 3

序号	元素	分析方法
1	S	按附录 A 进行
2	Fe	按附录 B 进行
3	Cr	按附录 C 进行
4	Ti	按附录 D 进行
5	P	按附录 E 进行
6	Mn	按附录 F 进行

4.4 粒度检测

粒度的取样和检测应符合 GB/T 13247 的规定。

5 检验规则

5.1 质量验收

硫铁的质量验收应符合 GB/T 3650 的规定。

5.2 组批

按同牌号硫含量相近的几炉硫铁组成一批交货,每批重量应不超过 20t,同批产品中,批次内硫含量之差应不超过 2.0%。

6 包装、标志、贮存、运输和质量证明书

6.1 硫铁采用铁桶或塑编袋包装,每桶净重 50kg 或 100kg,每袋净重约 1000kg,也可按需方要求包装。

6.2 产品的标志、贮存、运输和质量证明书应符合 GB/T 3650 的规定。

附 录 A
(规范性附录)
硫酸钡重量法测定硫量

A.1 范围

本方法规定了硫酸钡重量法测定硫铁中的硫含量。

本方法适用于硫铁中质量分数 20.0%~35.0% 硫量的测定。

A.2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 4010 铁合金化学分析用试样的采取和制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

A.3 原理

试料用碳酸钠-过氧化钠混合熔剂熔融,将硫氧化为硫酸盐,水浸取,过滤除去氢氧化物、碳酸盐等沉淀。在稀盐酸溶液中加入氯化钡,使硫酸根定量生成硫酸钡沉淀,灼烧,称量硫酸钡,计算硫的含量。

A.4 试剂

在分析过程中,仅使用认可的分析纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的三级及三级以上纯度的水。

A.4.1 碳酸钠-过氧化钠混合熔剂:一份无水碳酸钠与三份过氧化钠混匀。

A.4.2 盐酸,1+1。

A.4.3 氢氧化钠溶液,250g/L。

A.4.4 硝酸银溶液,10g/L。

A.4.5 甲基橙溶液,1g/L。

A.4.6 氯化钡溶液,100g/L:100g 氯化钡溶于适量水中,过滤后用水稀释至 1L,混匀。

A.4.7 氯化钡-盐酸洗液:1g 氯化钡溶于适量盐酸(1+99)中,过滤后用盐酸(1+99)稀释至 1L。

A.4.8 碳酸钠溶液,20g/L。

A.5 试样

按 GB/T 4010 的规定制备试样,试样应全部通过 0.088mm 筛孔。

A.6 分析步骤**A.6.1 测定次数**

同一试样应称取两份试料进行测定。

A.6.2 称量

称取 0.20g 试样,精确至 0.0001g。

A.6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

A. 6.4 测定

A. 6.4.1 试料分解

将试料置于预先盛有 4g 碳酸钠 过氧化钠混合熔剂的刚玉坩埚中,用干玻璃棒混匀后,再覆盖一层熔剂,置于高温电热板上烘焙至熔剂焦黄或变黑,移入 400℃ 的高温炉中,升温至 750℃,熔融 10min~15min,取出,旋转坩埚,使熔质冷凝在坩埚壁上,冷却。坩埚外壁用水冲洗后,置于 500mL 烧杯中,盖上表面皿,用约 100mL 热水浸取熔块,待反应停止后,用热水和稀盐酸洗净坩埚。趁热用中速滤纸过滤,用热碳酸钠溶液(见 A. 4. 8)洗涤烧杯 4 次~5 次,洗涤沉淀 7 次~8 次,滤液收集于 500mL 烧杯中。

A. 6.4.2 沉淀

于滤液中加入 2 滴甲基橙溶液(见 A. 4. 5),用盐酸(见 A. 4. 2)中和至溶液呈红色,再用盐酸(见 A. 4. 2)和氢氧化钠溶液(见 A. 4. 3)调至溶液刚好呈红色,加入 8mL 盐酸(见 A. 4. 2),用水冲洗杯壁并稀释至 300mL,在不断搅拌下滴加 10mL 热的氯化钡溶液(见 A. 4. 6),在低温电热板上保温 2h,取下,放置过夜。

用加有少量滤纸浆的慢速定量滤纸过滤,沉淀用氯化钡 盐酸洗液倾洗两次,将沉淀移至滤纸上,用擦棒擦净烧杯,用温水洗沉淀至无氯离子(用硝酸银溶液检查)。

A. 6.4.3 称量

将沉淀连同滤纸移入已恒量的铂坩埚中,于高温炉低温灰化,800℃ 灼烧 30min,取出,置于干燥器中,冷却至室温后称量。反复灼烧至恒量。

A. 7 分析结果的计算

A. 7.1 按式(A. 1)计算硫的质量分数:

$$w_s(\%) = \frac{[(m_2 - m_1) - (m_4 - m_3)] \times k}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (A. 1)$$

式中:

- m_1 —— 坩埚的质量,单位为克(g);
- m_2 —— 沉淀和坩埚的质量,单位为克(g);
- m_3 —— 空白试验中坩埚的质量,单位为克(g);
- m_4 —— 空白试验中沉淀和坩埚的质量,单位为克(g);
- m —— 试料质量,单位为克(g);
- k —— 0. 1374,硫酸钡换算为硫的系数。

A. 7.2 最终结果计算

当所得试样的两个有效分析值之差不大于表 A. 1 所规定的试样实验室内允许差时,以平均值为最终分析结果。数值修约按 GB/T 8170 的规定进行。

A. 8 允许差

表 A. 1

%(质量分数)

含量范围	允许差
20. 0~28. 0	≤0. 40
28. 0~35. 0	≤0. 60

附录 B
(规范性附录)
重铬酸钾滴定法测定铁量

B.1 范围

本方法规定了重铬酸钾滴定法测定硫铁中的铁量。
本方法适用于硫铁中质量分数 $\geq 20\%$ 铁量的测定。

B.2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

- GB/T 4010 铁合金化学分析用试样的采取和制备
GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

B.3 原理

试样用混合熔剂分解,氯化亚锡预还原,以钨酸钠为指示剂,用三氯化钛将高价铁还原为低价铁至生成“钨蓝”,加入硫酸磷酸混合酸,以二苯胺磺酸钠为指示剂,用重铬酸钾标准溶液滴定,测定全铁量。含钒量超过 0.5% 时,不宜采用本方法。

B.4 试剂

在分析过程中,仅使用认可的分析纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的三级及三级以上纯度的水。

- B.4.1 混合熔剂:**碳酸钠 100g、硝酸钾 7.5g、草酸 40g 研细混匀。
B.4.2 氧化镁:900℃ 灼烧后使用。
B.4.3 盐酸, $\rho=1.19\text{g/mL}$ 。
B.4.4 硫酸磷酸混合酸:将 300mL 硫酸, $\rho=1.84\text{g/mL}$,在搅拌下缓慢注入 400mL 水中,再加入 300mL 磷酸, $\rho=1.67\text{g/mL}$,混匀。
B.4.5 三氯化钛溶液(1+19):将三氯化钛溶液(15g/100mL~20g/100mL)用盐酸(1+9)稀释 20 倍。
B.4.6 二苯胺磺酸钠溶液(5g/L):0.5g 二苯胺磺酸钠溶于 100mL 碳酸钠(2g/L)中。
B.4.7 钨酸钠溶液,250g/L:25g 钨酸钠溶于适量水中,加 5mL 磷酸, $\rho=1.70\text{g/mL}$,用水稀释至 100mL,混匀。
B.4.8 氟化钠溶液,50g/L,氯化亚锡溶液,60g/L:6g 氯化亚锡溶于 20mL 热盐酸($\rho=1.19\text{g/mL}$)中,用水稀释至 100mL,加入 2g~3g 金属锡。
B.4.9 重铬酸钾标准溶液[$c(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)=0.05000\text{mol/L}$]:将预先在 150℃ 烘干 1h 的重铬酸钾(基准试剂)2.4515g 溶于水,移入 1000mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

B.5 试样

按 GB/T 4010 的规定制备试样。试样应全部通过 0.088mm 筛孔。预先 105℃~110℃ 干燥 2h,于干燥器中冷却至室温。

B.6 分析步骤**B.6.1 测定次数**

同一试样应称取两份试料进行测定。

B.6.2 试料量

称取 0.20g 试样,精确至 0.0001g。

B.6.3 测定

B.6.3.1 分解

将试料置于瓷坩埚中,加 0.5g 混合熔剂,混匀,移至卷成锥形的滤纸中,包成小包,置于垫有氧化镁的瓷坩埚中,于高温炉 850℃~900℃ 灼烧 5min,取出,冷却,用小勺将熔块移入 500mL 锥形瓶中,加入 20mL 氟化钠溶液(见 B.4.8),20mL 盐酸(见 B.4.3),加热至试样完全溶解,溶解过程中应不断滴加氯化亚锡溶液,60g/L,保持试液微黄色,并可补加盐酸(见 B.4.3)。

B.6.3.2 还原

加热蒸发试液体积至约 20mL,加入 100mL 水、1mL 钨酸钠溶液(见 B.4.7),滴加三氯化钛溶液至试液呈蓝色。流水冷却至室温。

B.6.3.3 待试液蓝色褪去后(如果蓝色不易褪去,可滴加重铬酸钾标准溶液褪去),立即加入 15mL 硫酸磷酸混合酸、5 滴二苯胺磺酸钠溶液(见 B.4.6),用重铬酸钾标准溶液(见 B.4.9)滴定至稳定的紫红色为终点。

B.7 结果的计算

B.7.1 按式(B.1)计算铁的质量分数:

$$w_{Fe}(\%) = \frac{c \times V \times k}{m \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (B.1)$$

式中:

- c — 重铬酸钾标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- V — 试样消耗重铬酸钾标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
- m — 试样量,单位为克(g);
- k — 55.85,铁的摩尔质量,单位为克每毫升(g/mL)。

B.7.2 最终结果计算

当所得试样的两个有效分析值之差不大于表 B.1 所规定的试样实验室内允许差时,以平均值为最终分析结果。数值修约按 GB/T 8170 的规定进行。

B.8 允许差

表 B.1 %(质量分数)

含量范围	允许差
20.0~35.0	≤0.25
>35.0	≤0.35

附录 C
(规范性附录)
硫酸亚铁铵滴定法测定铬量

C.1 范围

本方法规定了硫酸亚铁铵滴定法测定硫铁中的铬含量。

本方法适用于硫铁中质量分数 0.1%~0.5% 的铬含量的测定。

C.2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 4010 铁合金化学分析用试样的采取和制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

C.3 原理

试料用过氧化钠混合熔剂熔融,在硝酸银存在下,用过硫酸铵氧化铬至六价,用氯化钠还原同时氧化的锰,以 N 苯代邻氨基苯甲酸为指示剂,用硫酸亚铁铵标准溶液滴定铬量。

C.4 试剂

在分析过程中,仅使用认可的分析纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的三级及三级以上纯度的水。

C.4.1 碳酸钠-过氧化钠混合熔剂:一份无水碳酸钠与三份过氧化钠混匀。

C.4.2 硫酸磷酸混合酸:将 300mL 硫酸($\rho=1.84\text{g/mL}$)在搅拌下缓慢注入 400mL 水中,再加入 300mL 磷酸($\rho=1.67\text{g/mL}$),混匀。

C.4.3 硫酸, 1+1。

C.4.4 硝酸银溶液, 10g/L。

C.4.5 过硫酸铵溶液, 200g/L, 用时配制。

C.4.6 氯化钠溶液, 50g/L。

C.4.7 N-苯代邻氨基苯甲酸溶液, 2g/L, 每 100mL 溶液含 0.2g 无水碳酸钠。

C.4.8 硫酸锰溶液, 40g/L。

C.4.9 重铬酸钾标准溶液[$c(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)=0.01000\text{mol/L}$]:称取预先在 150℃ 干燥 1h 后,置于干燥器中冷却至室温的重铬酸钾(基准试剂)0.4903g 溶于水,移入 1000mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

C.4.10 亚铁铵标准溶液配制:称取 3g 硫酸亚铁铵[(NH_4)₂Fe(SO₄)₂·6H₂O],溶于硫酸(5+95)中,并用硫酸稀释至 1000mL,混匀。

C.4.11 标定及指示剂校正:

于三个 500mL 锥形瓶中,各加入 50mL 硫酸磷酸混合酸,加热蒸发法至冒硫酸烟,稍冷,加水 50mL,冷却至室温。加入 25.00mL 重铬酸钾标准溶液,用水稀释至 200mL,用所配制的硫酸亚铁铵溶液滴定至溶液呈淡黄色,加 3 滴 N 苯代邻氨基苯甲酸溶液(见 C.4.7),继续滴定至由紫红色变为亮绿色为终点,读取所消耗硫酸亚铁铵溶液的毫升数。再加入 25.00mL 重铬酸钾标准溶液,再用硫酸亚铁铵溶液滴定至由紫红色变为亮绿色为终点。三份重铬酸钾标准溶液所消耗的硫酸亚铁铵溶液毫升数的差值,不超过 0.05mL,取其平均值。

按式(C.1)计算亚铁标准溶液的浓度:

$$c(\text{Fe II}) = \frac{c \times V_1}{V_3} \quad \text{..... (C.1)}$$

按式(C.2)计算指示剂的校正值:

$$V_4 = V_1 - V_2 \quad \text{..... (C.2)}$$

式中:

- c ——重铬酸钾标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- V_1 ——加入重铬酸钾标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_2 ——第一次滴定所消耗硫酸亚铁铵溶液体积的平均值,单位为毫升(mL);
- V_3 ——第二次滴定所消耗硫酸亚铁铵溶液体积的平均值,单位为毫升(mL);
- V_4 ——3滴指示剂的校正值,单位为毫升(mL)。

C.5 试样

按GB/T 4010的规定制备试样。试样应全部通过0.088mm筛孔,预先105℃~110℃干燥2h,干燥器中冷却至室温。

C.6 分析步骤

C.6.1 测定次数

同一试样应称取两份试料进行测定。

C.6.2 称量

称取0.50g试样,精确至0.0001g。

C.6.3 测定

C.6.3.1 试料分解

将试料置于预先盛有4g过氧化钠熔剂的低铬铁坩埚中,用干玻璃棒混匀后再覆盖一层熔剂,置于电热板上烘焙至熔剂焦黄或变黑,移入400℃的高温炉中,升温至750℃,熔融3min~5min,直到完全熔清,继续熔融2min,取出,旋转坩埚,使熔质冷凝在坩埚壁上,冷却。坩埚外壁用水冲洗后,置于500mL烧杯中,用约100mL热水浸取熔块,盖上表面皿,待反应停止后用热水洗净坩埚及表面皿。滴加硫酸(见C.4.3)至沉淀全部溶解,再加入40mL硫酸磷酸混合酸,用水稀释至200mL。

C.6.3.2 氧化

加4滴硫酸锰溶液(见C.4.8),加10mL硝酸银溶液(见C.4.4),20mL过硫酸铵溶液(见C.4.5),加热煮沸至呈高锰酸红色,继续煮沸5min,以分解过量过硫酸铵。加10mL氯化钠溶液(见C.4.6),煮沸至高锰酸红色消失、氯化银沉淀凝聚。流水冷却至室温。

C.6.3.3 滴定

加10mL硫酸(见C.4.3)、3滴N-苯代邻氨基苯甲酸溶液(见C.4.7),滴定至由紫红色变为亮绿色为终点。

C.7 结果的计算

C.7.1 按式(C.3)计算铬的质量分数:

$$w_{\text{Cr}}(\%) = \frac{c \times (V_1 + V_2) \times k}{m \times 1000} \times 100 \quad \text{..... (C.3)}$$

式中:

- c ——亚铁标准溶液浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- V_1 ——滴定消耗亚铁标准溶液体积,单位为毫升(mL);

V_2 — 3 滴指示剂的校正值,单位为毫升(mL);

m — 滴定溶液中的试料量,单位为克(g);

k — 17.33,1/3 铬的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

C.7.2 最终结果计算

当所得试样的两个有效分析值之差不大于表 C.1 所规定的试样实验室内允许差时,以平均值为最终分析结果。数值修约按 GB/T 8170 的规定进行。

C.8 允许差

表 C.1

%(质量分数)

含量范围	允许差
0.10~0.30	≤0.015
>0.30~0.50	≤0.025

附录 D

(规范性附录)

二安替比林甲烷光度法测定钛量

D.1 范围

本方法规定了二安替比林甲烷光度法测定硫铁中的钛含量。

本方法适用于硫铁中质量分数 0.01%~0.05% 钛含量的测定。

D.2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 4010 铁合金化学分析用试样的采取和制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

D.3 原理

试料用盐酸、硝酸和焦硫酸钾分解,在 1.2mol/L~2.5mol/L 的盐酸介质中,钛与二安替比林甲烷生成黄色络合物,在波长 385nm 处测量其吸光度,借此测定钛量。

D.4 试剂

在分析过程中,仅使用认可的分析纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的三级及三级以上纯度的水。

D.4.1 焦硫酸钾。

D.4.2 盐酸, $\rho=1.19\text{g/mL}$ 。

D.4.3 盐酸,1+1。

D.4.4 硝酸, $\rho=1.42\text{g/mL}$ 。

D.4.5 氢氟酸, $\rho=1.15\text{g/mL}$ 。

D.4.6 二安替比林甲烷溶液,50g/L,5g 二安替比林甲烷用 30mL 盐酸(1+1)溶解,用水稀释至 100mL,过滤,储于棕色瓶中保存。

D.4.7 抗坏血酸溶液,50g/L,用时配制。

D.4.8 钛标准溶液:

称取预先在 800℃灼烧 1h 的二氧化钛(99.99%)0.1668g 于铂坩埚中,加 5g 焦硫酸钾,在 650℃熔融至清亮,冷却后将铂坩埚放入 400mL 烧杯中,加 50mL 硫酸(1+9),加热溶解,将铂坩埚洗净取出。溶液冷却至室温,移入 1000mL 容量瓶中,用硫酸(1+9)稀释至刻度,混匀。此溶液 1.00mL 含钛 100.0 μg 。

移取钛标准溶液 25.00mL 于 500mL 容量瓶中,用硫酸(5+95)稀释至刻度,混匀。此溶液 1.00mL 含钛 5.00 μg 。

D.5 试样

按 GB/T 4010 的规定制备试样。试样应全部通过 0.088mm 筛孔。预先 105℃~110℃干燥 2h,干燥器中冷却至室温。

D.6 分析步骤**D.6.1 测定次数**

同一试样应称取两份试料进行测定。

D.6.2 试料量

称取 0.5g 试料,精确至 0.0001g。

D.6.3 空白试验

称取 0.30g 纯铁随同试料做空白试验。

D.6.4 测定**D.6.4.1 分解**

将试料置于 300mL 烧杯中,加入少量水湿润,加入 30mL 盐酸(见 D.4.2)、5mL 硝酸(见 D.4.4),加热蒸发至小体积,取下,稍冷却,加入 20mL 盐酸(见 D.4.3)和 30mL 水,加热使盐类溶解,用慢速滤纸过滤于 250mL 烧杯中,擦净烧杯,用热盐酸(5+95)洗烧杯和残渣各三次,用热水洗残渣 5 次~6 次,滤液作为主液保存。

将滤纸连同残渣置于铂坩埚中,灰化,加 3g 焦硫酸钾,于 650℃ 熔融 5min~10min,将铂坩埚放入预先加热的主液中,浸取熔融物,用水洗出铂坩埚,加热使盐类溶解,冷却至室温,移入 100mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

D.6.4.2 显色、测量

分取 10.00mL 试液两份于 50mL 容量瓶中,加 10mL 盐酸(见 D.4.3)、10mL 抗坏血酸(见 D.4.7),放置 5min。一份用水稀释至刻度,混匀;另一份加 10mL 二安替吡啶甲烷溶液(见 D.4.7),用水稀释至刻度,混匀,放置 20min~60min(20℃ 以上 20min,20℃ 以下 40min~60min)。将部分溶液移入 2cm~3cm 吸收皿中,以不加二安替吡啶甲烷的溶液为参比,于分光光度计波长 385nm 处测量其吸光度,从工作曲线上查出相应的钛量。

D.6.4.3 工作曲线的绘制

移取 0mL、1.00mL、2.00mL、3.00mL、4.00mL、5.00mL 钛标准溶液(5.00μg/mL)分别置于加有 10.00mL 空白试验溶液的 50mL 容量瓶中,加 10mL 抗坏血酸(见 D.4.7)、10mL 盐酸(见 D.4.3),放置 5min。除零浓度溶液外,加 10mL 二安替吡啶甲烷溶液(见 D.4.6),用水稀释至刻度,混匀,放置 20min~60min(20℃ 以上 20min,20℃ 以下 40min~60min),将部分溶液移入 2cm~3cm 吸收皿中,以零浓度溶液为参比,于分光光度计波长 385nm 处测量其吸光度,以钛量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

D.7 分析结果的表述**D.7.1 按式(D.1)计算钛的质量分数:**

$$w_{Ti}(\%) = \frac{m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (D.1)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得的钛量,单位为克(g);

m ——分取试液中的试样量,单位为克(g)。

D.7.2 最终结果计算

当所得试样的两个有效分析值之差不大于表 D.1 所规定的试样实验室内允许偏差时,以平均值为最终分析结果。数值修约按 GB/T 8170 的规定进行。

D.8 允许差

表 D.1

% (质量分数)

含量范围	允许差
0.010~0.030	≤ 0.004
$>0.030\sim 0.050$	≤ 0.007

附录 E (规范性附录)

电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES法)测定磷量

E.1 范围

本方法规定了用 ICP-AES 法测定硫铁中的磷含量。

本方法适用于硫铁中质量分数 0.01%~0.10% 磷量的测定。

E.2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 4010 铁合金化学分析用试样的采取和制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

E.3 原理

试料用盐酸溶解完全,冷却,定容,摇匀。配制磷校准溶液,用 Plasma1000 型 ICP-AES 光谱仪,在选定的仪器工作条件下,绘制磷标准曲线,按顺序测量试样,由标准曲线计算出试样中磷的浓度,然后计算出其百分含量。

E.4 试剂

在分析过程中,仅使用认可的分析纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的三级及三级以上纯度的水。

E.4.1 去离子水。

E.4.2 盐酸,优级纯。

E.4.3 硝酸,优级纯。

E.4.4 磷标准溶液,1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

E.4.5 高纯铁(Fe 不少于 99.99%)。

E.5 试样

按 GB/T 4010 的规定制备试样,试样应全部通过 0.147mm 筛孔。

E.6 分析步骤

E.6.1 测定次数

同一试样应称取两份试料进行测定。

E.6.2 称量

称取 0.2000g 试样,精确至 0.0001g。

E.6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

E.6.4 校准溶液的配制

E.6.4.1 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 磷标准溶液的配制:移取 1mL 1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的磷标准溶液于 100mL 容量瓶中,加 5mL 浓硝酸,定容。

E. 6.4.2 称取 0.2000g 高纯铁于 250mL 烧杯中,依次加硝酸(1+1)5mL、浓硝酸 5mL、浓盐酸 5mL,加热至完全溶解,冷却后定容于 100mL 容量瓶 S₀ 中,然后再移 25mL(三次)于容量瓶 S₁、S₂、S₃。移取 10μg/mL 磷标准溶液 1mL、2mL、5mL 分别于容量瓶 S₁、S₂、S₃ 中,定容。S₀、S₁、S₂、S₃ 用于绘制标准曲线(校准溶液为绘制分析元素标准曲线所需要的标准溶液,其浓度范围要覆盖所分析元素的浓度范围)。

E. 6.5 试样分解

称取 0.2000g 试样于 250mL 烧杯中,加入 50mL(1+1) 盐酸加热,使之完全溶解,冷却后,定容于 100mL 容量瓶中。

E. 6.6 测量

E. 6.6.1 校准溶液

先使用零校准溶液,并按顺序吸入校准溶液,在每次吸入溶液之间吸入去离子水。至少重复测量 2 次,取 2 个读数的平均值。

E. 6.6.2 试验溶液

校准溶液测量后,立即测量试验溶液,每次测量之间吸入去离子水。试验溶液至少应重复进行 2 次。

E. 7 分析结果的计算

E. 7.1 标准曲线法

从校准溶液测出的光谱强度值对其元素的相应浓度绘制标准曲线,根据试验溶液的光谱强度从标准曲线中计算浓度值。

按式(E. 1)计算分析磷元素含量:

$$w_T(\%) = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times V}{m \times 10^6} \times 100 \quad \dots\dots\dots (E. 1)$$

式中:

- ρ₁ —— 试样溶液中磷元素的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);
- ρ₀ —— 空白试验溶液中磷元素的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);
- m —— 试料质量,单位为克(g);
- V —— 校正和试验溶液的最终体积,单位为毫升(mL)。

E. 7.2 最终结果计算

当所得试样的两个有效分析值之差不大于表 E. 1 所规定的试样实验室内允许差时,以平均值为最终分析结果。数值修约按 GB/T 8170 的规定进行。

E. 8 允许差

表 E. 1

%(质量分数)

含量范围	允许偏差
0.010~0.10	≤0.0025

附录 F (规范性附录)

电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES法)测定锰量

F.1 范围

本方法规定了用 ICP-AES 法测定硫铁中的锰含量。

本方法适用于硫铁中质量分数 0.05%~1.00% 锰量的测定。

F.2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 4010 铁合金化学分析用试样的采取和制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

F.3 方法提要

试料用盐酸溶解完全,冷却,定容,摇匀。配制锰校准溶液,用 Plasma1000 型 ICP-AES 光谱仪,在选定的仪器工作条件下,绘制锰标准曲线,按顺序测量试样,由标准曲线计算出试样中锰的浓度,然后计算出其百分含量。

F.4 试剂

在分析过程中,仅使用认可的分析纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的三级及三级以上纯度的水。

F.4.1 去离子水。

F.4.2 盐酸,优级纯。

F.4.3 硝酸,优级纯。

F.4.4 锰标准溶液,1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

F.4.5 高纯铁(Fe 不少于 99.99%)。

F.5 试样

按 GB/T 4010 的规定制备试样,试样应全部通过 0.147mm 筛孔。

F.6 分析步骤

F.6.1 测定次数

同一试样应称取两份试料进行测定。

F.6.2 称量

称取 0.2000g 试样(精确至 0.0001g)。

F.6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

F.6.4 校准溶液的配制

F.6.4.1 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 锰标准溶液的配制:移取 10mL 1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的锰标准溶液于 100mL 容量瓶中,加 5mL 浓硝酸,定容。

F.6.4.2 称取 0.2000g 高纯铁于 250mL 烧杯中,依次加硝酸(1+1)5mL、浓硝酸 5mL、浓盐酸 5mL.,加热至完全溶解,冷却后定容于 100mL 容量瓶 S₀ 中,然后再移 25mL.(三次)于容量瓶 S₁、S₂、S₃。移取 100μg/mL 锰标准溶液 1mL、5mL、10mL 分别于容量瓶 S₁、S₂、S₃ 中,定容。S₀、S₁、S₂、S₃ 用于绘制标准曲线(校准溶液为绘制分析元素标准曲线所需要的标准溶液,其浓度范围要覆盖所分析元素的浓度范围)。

F.6.5 试样分解

称取 0.2000g 试样于 250mL 烧杯中,加入 50mL(1+1)盐酸加热,使之完全溶解,冷却后,定容于 100mL 容量瓶中。

F.6.6 测量

F.6.6.1 校准溶液

先使用零校准溶液,并按顺序吸入校准溶液,在每次吸入溶液之间吸入去离子水。至少重复测量 2 次,取 2 个读数的平均值。

F.6.6.2 试验溶液

校准溶液测量后,立即测量试验溶液,每次测量之间吸入去离子水。试验溶液至少应重复进行 2 次。

F.7 分析结果的计算

F.7.1 标准曲线法

从校准溶液测出的光谱强度值对其元素的相应浓度绘制标准曲线,根据试验溶液的光谱强度从标准曲线中计算浓度值。

按式(F.1)计算锰元素含量:

$$w_{Mn}(\%) = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times V}{m \times 10^6} \times 100 \quad \dots\dots\dots (F.1)$$

式中:

- ρ₁ 试样溶液中锰元素的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);
- ρ₀ 空白试验溶液中锰元素的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);
- m 试料质量,单位为克(g);
- V 校正和试验溶液的最终体积,单位为毫升(mL)。

F.7.2 最终结果计算

当所得试样的两个有效分析值之差不大于表 F.1 所规定的试样实验室内允许差时,以平均值为最终分析结果。数值修约按 GB/T 8170 的规定进行。

F.8 允许差

表 F.1

% (质量分数)

含量范围	允许偏差
0.050~1.00	≤0.020

中华人民共和国黑色冶金
行业标准
硫 铁
YB/T 4551—2016

冶金工业出版社出版发行
北京北河沿大街嵩祝院北巷39号
邮政编码:100009
固安华明印业有限公司印刷
各地新华书店经销

开本 880×1230 1/16 印张 1.5 字数 37 千字
2016年11月第一版 2016年11月第一次印刷

统一书号:155024·0866 定价:45.00元

155024·0866



9 715502 408667 >