

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 $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$,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:

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

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 >