

此允许差仅为保证与判定分析结果的准确度而设,与其他部门不发生任何关系。在平行分析二份或二份以上试样时,所得之分析数据的极差值不超过所载允许差两倍者(即±允许差以内),均应认为有效,以求得平均值。

用标准试样校验时,结果偏差不得超过所载允许差。

(说明:气体容量法测定碳的温度、气压校正系数表未附,需要时另行去找)。

## 10. 《钢铁及合金中硫量的测定》GB 223.2—81

总则及一般规定按 GB 1467—78 执行。

### 一、氧化铝色层分离—硫酸钡重量法

#### 1. 方法提要

试样在饱和溴水中用盐酸—硝酸溶解,高氯酸冒烟,过滤除去硅、钨、铌等,并通过活性氧化铝色层柱除去大部分干扰元素后,用稀氢氧化铵洗脱色层柱上的硫酸根,以硫酸钡重量法测定硫。

适用范围:本法适用于生铁、铁粉、碳钢、合金钢、高温合金和精密合金。

测定范围:0.003%以上。

#### 2. 试剂与仪器

氢氟酸(比重 1.15)。

冰乙酸。

过氧化氢(比重 1.10)。

乙醇(95%)。

溴(99%以上):饱和溴水。

盐酸(1+1)、(1+20):优级纯。

高氯酸(比重 1.67)、(1+100):优级纯。

王水:盐酸(比重 1.19)+硝酸(比重 1.42)(3+1),用优级纯试剂配制。

硝酸银溶液(1%)。

氢氧化铵(1+13)、(1+139):优级纯。

硝酸铵溶液(0.1%)。

氯化钡溶液(10%):用慢速滤纸过滤后备用。

活性氧化铝:色层分离用,粒度小于 80 目。先用盐酸(1+11)浸泡数小时,再用清水漂洗 3~4 次,每次将经搅动后 20 秒钟未沉下的细粒倾去,沉下的备用。

甲基红(0.1%):乙醇溶液。

硫标准溶液:

称取 0.7467g 硫酸钾(优级纯,预先经 105℃ 烘至恒重),置于烧杯中,加水溶解后,移入 500mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1mL 相当于 2mg 硫酸钡。

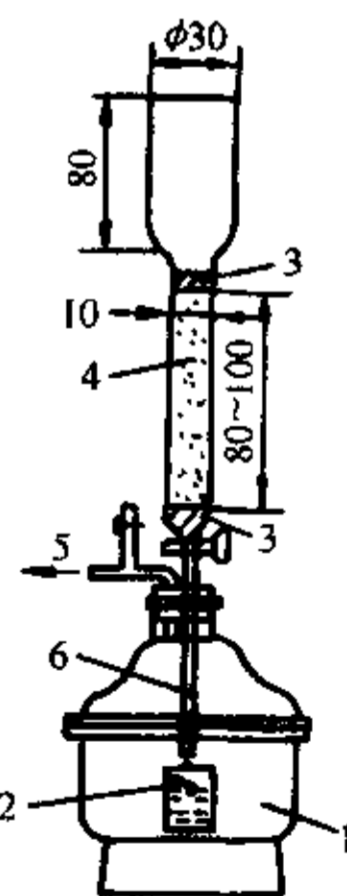


图 1

1—干燥器; 2—烧杯;  
3—玻璃棉; 4—充装氧化铝;  
5—接机械泵;  
6—软塑料管

氧化铝色层分离装置(见图1)。

色层柱的制备:先在柱底放入少量玻璃棉,再以少量水将备用的活性氧化铝转入柱内至80~100mm的高度,在活性氧化铝的上端再放入少量玻璃棉,以下按分析步骤先用水洗涤色层柱,再用氢氧化铵洗脱,收集氢氧化铵洗脱液,用10%氯化钡溶液进行沉淀,如无混浊现象即可(否则继续用氢氧化铵洗涤)。依次用20mL水和20mL盐酸(1+20)通过色层柱后即可倒入试液进行色层分离。色层柱经上述处理后能多次使用。

### 3. 分析步骤

称取试样<sup>①</sup>(随同试样做二份试剂空白),置于500mL烧杯中,加80mL饱和溴水、1mL溴<sup>②</sup>、80mL王水使试样缓慢溶解<sup>③</sup>,试样溶完后加80mL高氯酸(比重1.67)<sup>④</sup>及数滴氢氟酸(比重1.15)<sup>⑤</sup>,加热至冒烟,继续冒烟10~20min<sup>⑥</sup>使铬全部氧化,稍冷,加200mL水,加热溶解盐类,保温20min,冷却,用中速滤纸过滤<sup>⑦</sup>,并用高氯酸(1+100)洗涤7~8次。

加2.50mL硫标准溶液(相当于5.00mg硫酸钡)。

将试液通过色层柱<sup>⑧</sup>,流速控制在10~15mL/min,待试液完全通过后,用50mL盐酸(1+20)分二次洗涤烧杯并通过色层柱,用30mL水分二次洗涤色层柱,弃去滤液和洗液,用水将色层柱下端洗净,换一个100mL烧杯,依次用10mL氢氧化铵(1+13)和35mL氢氧化铵(1+139)洗脱色层柱上的硫酸根,流速控制在5~6mL/min,将收集洗脱液的烧杯取出。色层柱先用20mL水,再用20mL盐酸(1+20)洗涤后供下次分离用,如不继续使用,应再加20mL盐酸(1+20)保存在柱内。

洗脱液中加1滴0.1%甲基红,滴加盐酸(1+1)中和至出现红色不褪并过量0.5mL(如有氧化铝沉淀穿漏,须过滤除去,用水洗涤烧杯及滤纸5~6次,滤液蒸发浓缩至约45mL)。加1mL冰乙酸、5滴过氧化氢(比重1.10),还原并络合带下的少量铬离子,待蓝色完全褪去后,加10mL乙醇,搅匀,加热至近沸,滴加5mL10%氯化钡溶液,同时搅拌至出现沉淀,盖上表皿,在60~80℃保温2h或静置过夜,用9cm的慢速滤纸过滤,用0.1%热硝酸铵溶液(约50℃)将沉淀全部移入滤纸<sup>⑨</sup>,用0.1%冷硝酸铵溶液洗涤滤纸及沉淀至无氯离子(用1%硝酸银溶液检验),沉淀及滤纸移入已恒重的铂坩埚中,于低温碳化后在800~850℃高温炉中灼烧半小时以上,取出,置于干燥器中,冷却至室温,称重,反复灼烧至恒重。

硫的百分含量按式(1)计算:

$$S(\%) = \frac{(W_1 - W_2) - (W_3 - W_4)}{W} \times 0.1374 \times 100 \quad (1)$$

式中  $W_1$ ——测得硫酸钡重量(g);

$W_2$ ——从校正曲线查得相当于  $W_1$  的校正值(g);

$W_3$ ——试剂空白的平均值(g);

$W_4$ ——从校正曲线查得相当于  $W_3$  的校正值(g);

$W$ ——称样量(g);

0.1374——硫酸钡换算为硫的系数。

校正曲线的绘制:移取数份硫标准溶液,每点取二份相当于7~40mg硫酸钡,置于100mL烧杯中,加入13mL氢氧化铵(1+13),加水稀释至体积约为45mL,用盐酸(1+1)中和并过量0.5mL,加1mL冰乙酸,以下按分析步骤进行。将加入的硫量(相当于硫酸钡重,即理论值,g)为横坐标,以测得硫酸钡重(g)减去理论值所得差的平均值(即校正值,g)为纵

坐标,绘制校正曲线<sup>⑩</sup>。

注:① 按估计含硫量称取试样:

S 0.003%~0.005% 称取二份试样,每份 10g。

S 0.005%~0.05% 称取 10g。

S>0.05% 称取试样中硫不超过 5mg。

每份试样中含钨量不超过 800μg,高钨低硫样品可多称几份,在滤去钨酸后将滤液合并为一份。

- ② 5g 以下试样加 40mL 溴水及 1mL 溴即可。溶样时如溴消耗过快(如生铁等高碳样品)应随时补加溴。试剂空白也应同样补加。高合金钢及高温合金等难溶样品亦可用氯酸钾代替溴及溴水做氧化剂,每份试样用 0.2g 氯酸钾。
- ③ 5g 以下试样加 40mL 王水,如溶样时反应剧烈,王水应分次加入,或立即用冷水或冰水冷却。易溶样品也可用硝酸(比重 1.42)代替王水;难溶样品可适当增加盐酸的比例。
- ④ 5g 以下试样加 40mL 高氯酸(比重 1.67)即可。含钨大于 5% 的样品在加高氯酸前必须将溶液蒸发至糖浆状。加水溶解盐类后应在热处(60~80℃)保温 2h 以上,并静置过夜,使钨酸完全水解,便于过滤,否则钨酸水解不完全,颗粒过细易穿过滤纸。
- ⑤ 含高硅样品可多加几滴氢氟酸(比重 1.15)以利于以后过滤;加几滴氢氟酸还有助于含钨、铌、钽、钛及钼等试样的溶解。
- ⑥ 称取试样中含铬量在 1.25g 以上需要挥铬,可在冒高氯酸烟将铬氧化成六价后,分数次滴加盐酸,每次 2mL,将大部分铬挥去。
- ⑦ 含钨、铌、钛样品用慢速滤纸过滤。
- ⑧ 低硫样品如称二份 10g 试样,二份滤液可用同一个色层柱进行色层分离,待溶液全部通过色层柱后再依次用盐酸(1+20)及水分别洗涤烧杯及色层柱,试剂空白按同法操作。
- ⑨ 转移和洗涤沉淀时,最好用小滴管,便于控制体积。用热硝酸铵溶液转移沉淀时,一般需冲洗 6~7 次,每次用 2mL,用冷硝酸铵溶液洗涤沉淀时,一般需洗 12~13 次,每次约 2mL 即可将氯离子洗净。洗涤时宜将漏斗颈中的水柱断开,以防止氯离子因扩散而不易洗净。
- ⑩ 在一般情况下,如果硫酸钡沉淀量(包括加入硫标准溶液中的硫)控制在 7~40mg,其测得硫酸钡重与理论值相对误差不超过 1%,可考虑不必进行校正。

## 二、燃烧—碘酸钾容量法

### 1. 方法提要

试样置于高温炉中加热并通氧燃烧,使硫氧化成二氧化硫,被酸性淀粉溶液吸收后,用碘酸钾标准溶液滴定至浅蓝色为终点。

适用范围:本法适用于生铁、铁粉、碳钢、合金钢、高温合金及精密合金。

测定范围:0.003%~0.20%。

### 2. 试剂与仪器

硫酸(比重 1.84)。

无水氯化钙(固体)。

碱石棉。

淀粉吸收液:称取 10g 可溶性淀粉<sup>①</sup>,用少量水调成糊状,加 500mL 沸水,搅拌,加热煮沸后取下,冷却,加 3g 碘化钾、500mL 水及 2 滴盐酸(比重 1.19),搅拌均匀后静置澄清。使用时取 25mL 上面澄清液,加 15mL 盐酸(比重 1.19),用水稀释至 1L,混匀。

助溶剂<sup>②</sup>:

- (甲) 二氧化锡和还原铁粉以 3+4 混匀;
- (乙) 五氧化二钒和还原铁粉以 3+1 混匀;
- (丙) 五氧化二钒。

碘酸钾标准溶液:

(甲) 0.01000N, 称取 0.3560g 碘酸钾(基准试剂)溶于水后, 加 1mL 10% 氢氧化钾, 移入 1000mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

(乙) 0.001000N, 移取 100mL 0.01000N 碘酸钾标准溶液于 1000mL 容量瓶中, 加 1g 碘化钾使其溶解, 用水稀释至刻度, 摇匀。此溶液用于测定含硫量为 0.010%~0.20% 的试样。

(丙) 0.0002500N, 移取 25.00mL 0.01000N 碘酸钾标准溶液于 1000mL 容量瓶中, 加 1g 碘化钾使其溶解, 用水稀释至刻度, 摇匀。此溶液用于测定含硫量为 0.003%~0.010% 的试样。

碘酸钾标准溶液的标定: 称取三份标准样品<sup>③</sup>, 按分析步骤进行。三份溶液所消耗碘酸钾标准溶液毫升数的极差值不超过 0.20mL, 即可取其平均值, 并同时进行瓷舟、瓷盖与助熔剂的空白测定。碘酸钾标准溶液对硫的滴定度按式(2)计算:

$$T = \frac{S_{\text{标}}(\%) \times W}{(V - V_0) \times 100} \quad (2)$$

式中  $T$ ——碘酸钾标准溶液对硫的滴定度(g/mL);

$S_{\text{标}}(\%)$ ——标准样品中硫的百分含量;

$V$ ——滴定所消耗的碘酸钾标准溶液的平均体积(mL);

$V_0$ ——滴定空白时所消耗碘酸钾标准溶液的平均体积(mL);

$W$ ——称样量(g)。

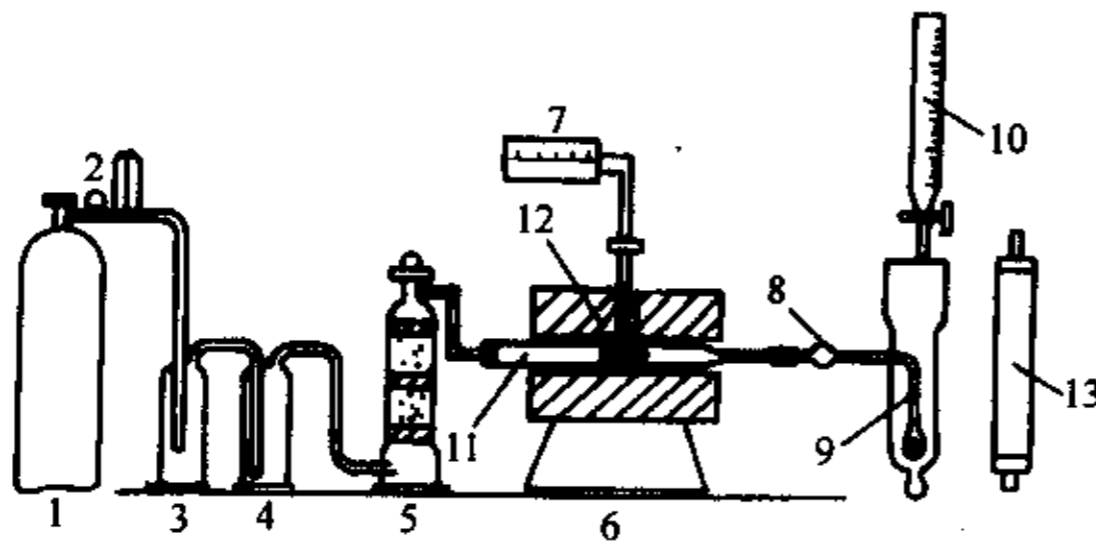


图 2

1—氧气瓶; 2—氧气表; 3—缓冲瓶; 4—洗气瓶; 5—干燥塔;  
6—管式炉; 7—可控硅温度自动控制器(或调压器); 8—球形干燥管; 9—吸收杯; 10—滴定管; 11—瓷管; 12—带瓷盖的瓷舟; 13—日光灯(8W)

仪器装置(见图 2)。

洗气瓶: 内盛浓硫酸, 装入量约占瓶高度的三分之一。

干燥塔: 上层装碱石棉, 下层装无水氯化钙, 中间隔玻璃棉, 底部及顶端也铺以玻璃棉。

管式炉: 附有热电偶高温计。

球形干燥管: 内装干燥脱脂棉。

吸收杯: 低硫吸收杯见图 3; 高硫吸收杯见图 4。

滴定管: 25mL。

瓷管: 长 600mm、内径 23mm(普通瓷管或高铝瓷管)。

带瓷盖的瓷舟<sup>④</sup>: 长 88 或 97mm。

### 3. 分析步骤

将炉温升至 1250~1300℃(普通瓷

管)用于测定生铁、碳钢及低合金钢。

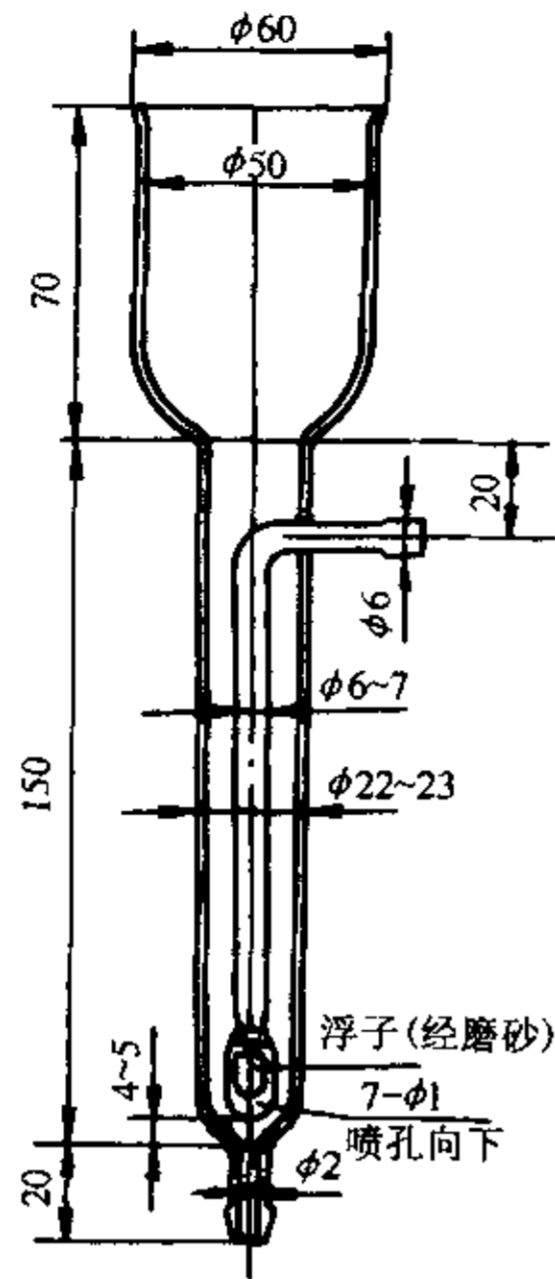


图3 低硫吸收杯

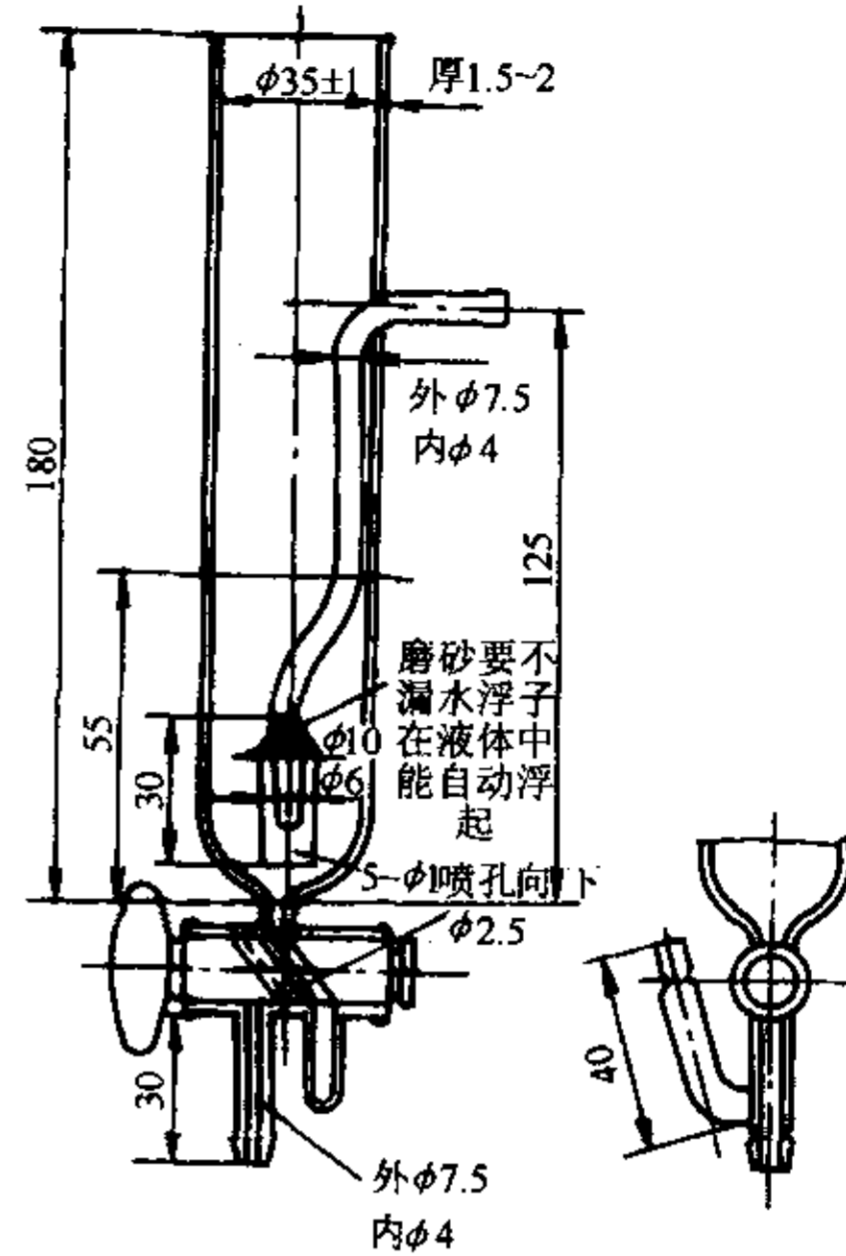


图4 高硫吸收杯

炉温升至 1300℃ 以上(高铝瓷管)用于测定中、高合金钢及高温合金、精密合金。

淀粉吸收液的准备:硫小于 0.01% 用低硫吸收杯,加入 20mL 淀粉溶液;硫大于 0.01% 用高硫吸收杯,加 60mL 淀粉溶液。通氧(流速为 1500~2000mL/min),用碘酸钾标准溶液滴定至浅蓝色不褪,作为终点色泽,关闭氧气。

检查瓷管及仪器装置是否严密不漏气,按分析步骤分析 2 个非标准试样。

称取试样<sup>⑤</sup>置于瓷舟中,加入适量助熔剂<sup>⑥</sup>,盖上瓷盖,启开橡皮塞,将瓷舟放入瓷管内,用长钩推至高温处,立即塞紧橡皮塞,预热 0.5~1.5min<sup>⑦</sup>,随即通氧(流速为 1500~2000mL/min),燃烧后的混合气体导入吸收杯中,使淀粉吸收液蓝色开始消褪,立即用碘酸钾标准溶液滴定并使液面保持蓝色<sup>⑧</sup>,当吸收液褪色缓慢时,滴定速度也相应减慢,直至吸收液的色泽与原来的终点色泽相同,间歇通氧后,色泽不变即为终点,关闭氧气,打开橡皮塞,用长钩拉出瓷舟<sup>⑨</sup>。读取滴定所消耗碘酸钾标准溶液的毫升数。

硫的百分含量<sup>⑩</sup>按式(3)计算:

$$S(\%) = \frac{T \times (V - V_0)}{W} \times 100 \quad (3)$$

式中 T——碘酸钾标准溶液对硫的滴定度(g/mL);

V——滴定试样所消耗碘酸钾标准溶液的体积(mL);

V<sub>0</sub>——滴定空白时所消耗碘酸钾标准溶液的平均体积(mL);

W——称样量。

注:① 最好用红薯粉或葛粉,因其显色灵敏度高,终点色泽呈蓝色,没有泛红现象。



- ② 二氧化锡需处理:将经过 120 目筛孔后的二氧化锡盛于大瓷舟中,放在 1300℃ 管式炉中通氧灼烧 2min,冷却后贮于磨口瓶内备用,否则空白值较高。五氧化二钒亦需在 600℃ 的高温炉中灼烧数小时,冷却后置于磨口瓶内备用,否则氧化物中的少量水分亦会导致结果偏低。
- ③ 需用经重量法或还原—比色法定值,牌号相似,含硫量相近的标准试样。测定 0.010% 以下的硫时,亦可采用称取 0.1000g 含硫量大于 0.010% 的标样和 0.9000g 含硫量小于 0.001% 的标样混合后进行标定。空白值应包括瓷舟、瓷盖、助熔剂及 0.9g 含硫量小于 0.001% 的标样。
- ④ 使用带瓷盖的瓷舟,有利于氧化铁在高温区的捕集,大大减少了转化区的触媒(氧化铁)量,管道的沾污也大为减少,可使硫的回收率提高 5%~10%。瓷盖也可将瓷舟两端切去后代用。瓷舟、瓷盖需在 1000℃ 高温炉中灼烧 1h 以上,冷却后贮于未涂油脂的干燥器中备用。测定低含量硫时,瓷舟、瓷盖还应放在 1300℃ 管式炉中,通氧灼烧 1~2min,在氧气气氛中冷却,贮于未涂油脂的干燥器中备用。
- ⑤ 参照表 1:

表 1

含硫量(%)	称样量(g)	助熔剂量(g)	
		助熔剂甲或乙(用于中、高合金钢、高温合金及精密合金)	助熔剂丙(用于生铁、碳钢及低合金钢)
0.100~0.200	0.1000~0.2000	0.4	0.1
0.050~0.100	0.2500		
0.010~0.050	0.5000	0.8	0.2
0.003~0.010	1.000*	1.0	0.3

\* 高温合金及精密合金称样量不超过 0.5000g。

- ⑥ 预热时间不宜过长,生铁、碳钢及低合金钢预热不超过 30s,中高合金钢、高温合金及精密合金预热 1~1.5min。
- ⑦ 若滴定速度跟不上,会导致结果偏低,因此在滴定生铁等高硫样品时,开始可以适当多过量一些碘酸钾标准溶液。
- ⑧ 拉出瓷舟观察试样燃烧情况,如断面有气泡,需重新测定。
- ⑨ 在连续测定 10 个以上试样后,应清除瓷管内氧化物。球形干燥管中脱脂棉上粉尘积聚过多时亦应更换。高锰钢与生铁因粉尘积聚较为严重,需将标样和试样平行测定。

### 三、还原蒸馏一次甲基蓝光度法

#### 1. 方法提要

试样溶于硝酸—盐酸混合酸中,同时加溴使硫氧化成硫酸。试液蒸干驱尽硝酸后加氢碘酸—次磷酸钠为还原剂,在氮气流下加热蒸馏,硫酸被还原成硫化氢,用乙酸锌溶液吸收,然后用 N,N-二甲基对苯二胺溶液和三氯化铁溶液使生成次甲基蓝,在波长 667nm 处,测其吸光度。

适用范围:本法适用于生铁、铁粉、碳钢、合金钢、高温合金及精密合金。

测定范围:0.001%~0.030%。

#### 2. 试剂与仪器

溴(99%以上)。

饱和溴水。

甲酸。

氮气(99.5%以上,如含氧需用除氧剂除氧)。

盐酸(比重 1.19)。

王水:盐酸(比重 1.19)+硝酸(比重 1.42)(3+1)。

氢氧化钾溶液(20%)。

高锰酸钾—氯化汞溶液:称取 5g 氯化汞和 2g 高锰酸钾,分别用水溶解并稀释至 50mL,将此二溶液合并混匀后使用,在使用中如发现褪色或出现沉淀时,应及时更换。

还原剂:取 500mL 氢碘酸,加 125mL 冰乙酸与 62g 次磷酸钠( $\text{NaH}_2\text{PO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ )装入提纯蒸馏器中,通氮气并加热至沸,保持微沸状态 2h 以上,冷却后使用,加塞避光保存。

吸收液:称取 20g 乙酸锌 $[\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$ 溶于水中,再加 12g 乙酸钠,溶解后用水稀释至 1L,混匀。

N,N-二甲基对苯二胺盐酸盐(PADA)溶液(0.2%):称取 1gPADA,用硫酸(2+5)溶解并稀释至 500mL,混匀。如颜色较深,可加入少量活性炭脱色,过滤后备用。

三氯化铁溶液(5%):称取 2.5g 三氯化铁( $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ),加 1mL 盐酸(比重 1.19),用水溶解并稀释至 50mL,混匀。

硫标准溶液:

(甲)称取 0.5435g 硫酸钾(优级纯)(预先经  $105^\circ\text{C}$  烘至恒重),用水溶解后,移入 1000mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1mL 含  $100\mu\text{g}$  硫。

(乙)移取 25.00mL 硫标准溶液(甲),置于 250mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1mL 含  $10\mu\text{g}$  硫。

(丙)移取 25.00mL 硫标准溶液(甲),置于 500mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1mL 含  $5\mu\text{g}$  硫。

(丁)移取 15.00mL 硫标准溶液(甲),置于 500mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1mL 含  $3\mu\text{g}$  硫。

还原蒸馏器装置(见图 5)。

提纯蒸馏器(见图 6)。

### 3. 分析步骤

称取试样 1.0000g,置于 250mL 锥形瓶中(随同试样做二份试剂空白),加 10mL 饱和溴水及 0.5mL 溴<sup>①</sup>,加 10mL 王水<sup>②</sup>使缓慢溶解,反应停止后,微热并适当浓缩,使试样溶解完全和充分赶走溴,冷却,移入 50mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。移取试液<sup>③</sup>于 100mL 磨口锥形瓶中,加 5mL 盐酸(比重 1.19),在低温蒸发至干,冷却后再加 5mL 盐酸(比重 1.19)、2mL 甲酸,再于低温蒸发至干,冷却<sup>④</sup>。

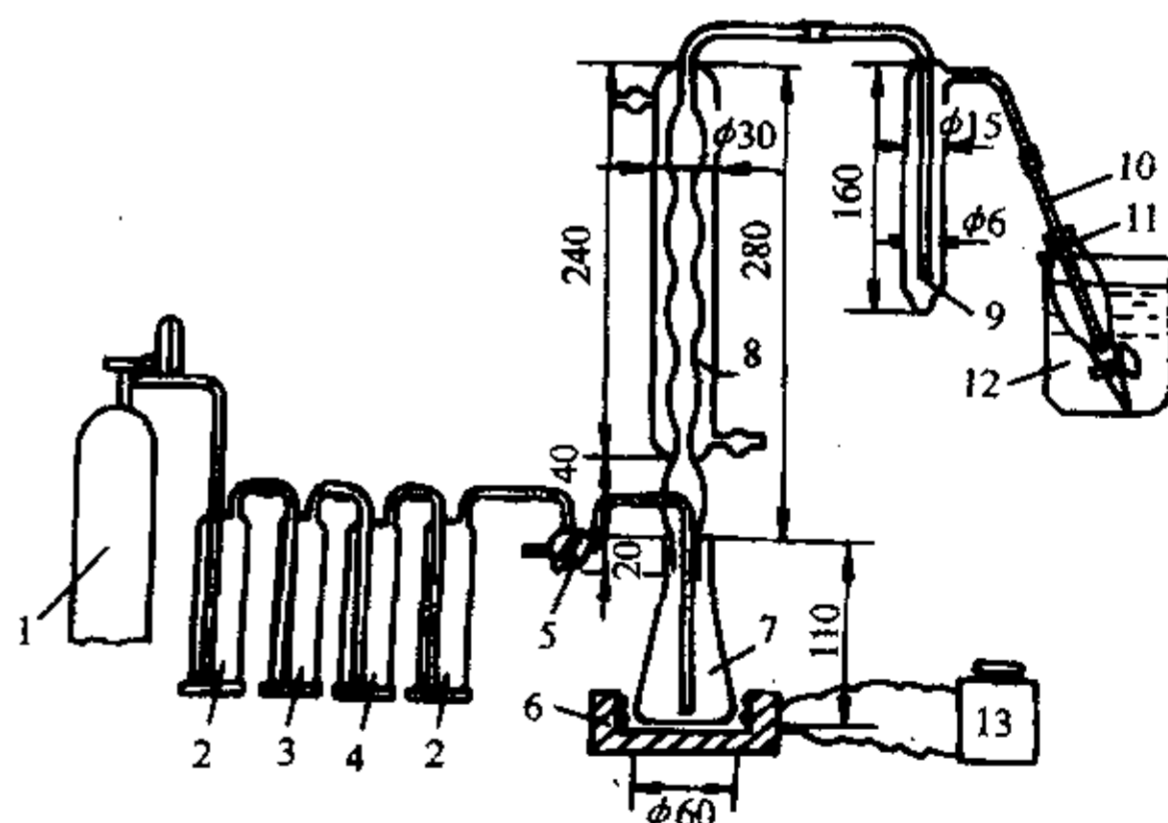


图 5 还原蒸馏器装置示意图

1—氮气瓶;2—空瓶;3—高锰酸钾—氯化汞洗瓶;4—氢氧化钾洗瓶;5—三通活塞;6—加热炉;7—磨口锥形瓶;8—冷凝器;9—洗气管(内盛 10mL 水);10—塑料毛细管;11—吸收器;12—冷却水杯;13—调压器

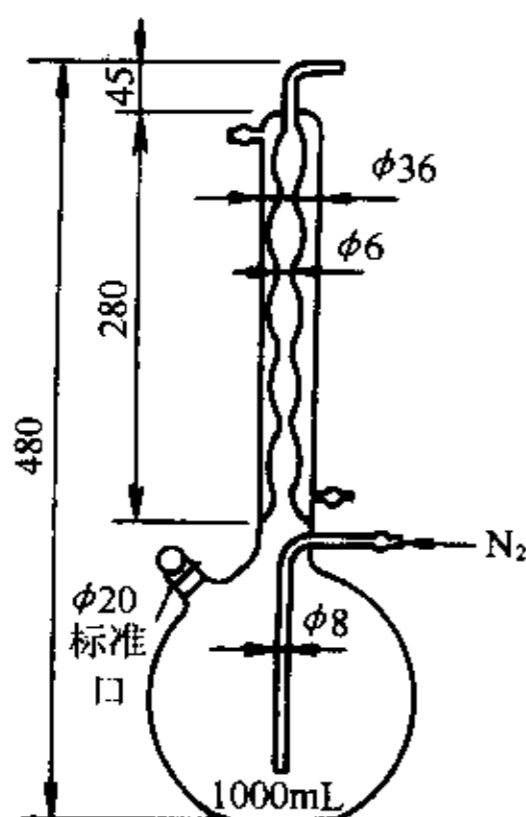


图 6

用带塑料管的注射器从提纯蒸馏器中抽取 20mL 还原剂注入锥形瓶中,将锥形瓶接至还原器的冷凝管下端,通入氮气(50~60mL/min),冷凝器中通入冷却水,洗气管支管端接以塑料毛细管,插入一盛有 44.00mL 吸收液的吸收器(用 50mL 分液漏斗或容量瓶)中,管嘴浸至近底部<sup>⑤⑥</sup>,通氮气 1~2min 排除空气,然后将可调加热电炉移至锥形瓶下,使试液于 2min 内达到沸腾,并保持微沸状态,由加热起计时 30min,然后移去电炉,取下塑料毛细管和吸收器。

沿塑料毛细管内外壁加入 5.00mL 0.2% PADA 溶液,将可能粘附在管壁上的硫化锌洗入吸收液中,立即加塞倒置一次,使之混匀,迅速加入 1.00mL 5% 三氯化铁溶液,加塞剧烈振荡 30s,放置 5~10min,移入液槽中<sup>③</sup>,以水为参比,在分光光度计上,于波长 667nm 处,测其吸光度,减去试剂空白吸光度的平均值,从工作曲线上查出相应的硫量。

上查出相应的硫量。

工作曲线的绘制:按参照表<sup>③</sup>移取硫标准溶液,分别置于 5 个 100mL 磨口锥形瓶中,于低温电炉上蒸发至干,冷却,以下按分析步骤进行,测其吸光度,减去不加硫标准溶液的显色液的吸光度,绘制工作曲线。

硫的百分含量按式(4)计算:

$$S(\%) = \frac{\gamma \times 10^{-6}}{W \times \frac{V_1}{V}} \times 100 \quad (4)$$

式中  $\gamma$ ——从工作曲线上查得的硫量( $\mu\text{g}$ );

$V$ ——试液总体积(mL);

$V_1$ ——移取试液体积(mL);

$W$ ——称样量(g)。

注:① 溶样时如溴消耗过快(如生铁等高碳样品)应随时补加溴,试剂空白也应同样补加。高合金钢及高温合金等难溶样品也可用氯酸钾代替溴及溴水做氧化剂,每份用 0.2g 氯酸钾。

② 如溶样反应剧烈,王水应分次加入,或立即用冷水或冰水冷却;易溶样品也可用硝酸(比重 1.42)代替王水;难溶样品可适当改变盐酸与硝酸的比例;含钛、铌或高硅试样,溶样时可加几滴氢氟酸(比重 1.15),并做相应的试剂空白。

③ 参照表 2:

表 2

含量范围(%)	0.001~0.003	0.003~0.010	0.010~0.030
移取试液比	15/50	5/50	5/50
标准溶液浓度( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )	3	5	10
标准溶液加入量(mL)	0	0	0
	1.00	0.50	0.50
	2.00	1.00	1.00
	3.00	2.00	2.00
	3.50	3.00	3.00
液槽(cm)	2	2	1



- ④ 移取试液中铁量超过 300mg 时对测定有干扰,使结果偏低,可按如下步骤操作:试液加甲酸于低温蒸干冷却后,加 3mL 盐酸(比重 1.19)于低温下溶解盐类,加 20mL 水、0.7g 锌粒,并用少量水冲洗瓶壁,于电热板上加热以还原三价铁至二价,将溶液蒸发至糖浆状,以下按分析步骤进行还原蒸馏、显色、测定。如用氯酸钾做氧化剂时,含有硒、碲(碲超过 0.5 $\mu$ g)的试样,此时需加入 1 $\mu$ g 氢溴酸(比重 1.49),低温蒸发至干涸(瓶内不再冒烟为止),冷却后重复处理一次,以消除其干扰。
- ⑤ 仪器在使用前用 20mL 还原剂至少蒸馏 30min 以洗净仪器,然后测定空白,当空白值稳定以后即可使用。洗气管中的水需要当日更换。每次实验做完后必须用水清洗还原器。
- ⑥ 室温超过 27 $^{\circ}$ C 对分析结果有影响,应每日带工作曲线。13~27 $^{\circ}$ C 之间曲线变化不明显,温度升高,吸光度逐渐下降,温度过低发色慢,需放置 15min,最好将吸收器置于 20~25 $^{\circ}$ C 水浴中操作。

#### 四、硫量允许差

此允许差仅为保证与判定分析结果的准确度而设,与其他部门不发生任何关系。在平行分析二份或二份以上试样时,所得之分析数据的极差值不超过所载允许差二倍者(即 $\pm$ 允许差以内),均应认为有效,以求得平均值。

用标准试样校验时,结果偏差不得超过所载允许差(表 3)。

表 3

含硫量(%)	允许差(%)	含硫量(%)	允许差(%)
0.0010~0.0025	0.0003	0.021~0.050	0.004
0.0026~0.0050	0.0005	0.051~0.100	0.006
0.0051~0.010	0.001	0.101~0.200	0.010
0.011~0.020	0.002	0.200 以上	0.015

### 11. 《钢铁及合金化学分析方法

#### 二安替比林甲烷磷钼酸重量法测定磷量》GB 223.3—88

本标准适用于生铁、铁粉、碳钢、合金钢、高温合金中磷量的测定。测定范围:0.01%~0.80%。

本标准遵守 GB 1467—78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

#### 1 方法提要

磷在 0.24~0.60mol/L 盐酸溶液中,加入二安替比林甲烷、钼酸钠混合沉淀剂,生成二安替比林甲烷磷钼酸沉淀 $[(C_{23}H_{24}N_4O_2)_3H_7P(Mo_2O_7)_6]_2$ 。当溶液中共存 360mg 镍、175mg 锰、80mg 铝、50mg 钴、30mg 钒、20mg 铁、5mg 锆、3mg 铈不干扰测定。硅大于 80 $\mu$ g 用氢氟酸处理。铁、铬、钒在 EDTA 存在下用硫酸铍作载体,氢氧化铵沉淀分离后不干扰测定;含钨试样以草酸络合钨,用上述方法氢氧化铵两次分离;铌、钛的干扰用铜铁试剂分离;砷、锡用氢溴酸挥发。

#### 2 试剂

##### 2.1 草酸:固体。