



中华人民共和国国家标准

GB/T 3653.7—2020

硼铁 硫含量的测定 红外线吸收法

**Ferroboron—Determination of sulfur content—
Infrared absorption method**

2020-03-06 发布

2020-07-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

前 言

GB/T 3653 共分为 7 个部分：

- GB/T 3653.1 硼铁化学分析方法 碱量滴定法测定硼量；
- GB/T 3653.2 硼铁化学分析方法 气体容量法测定碳量；
- GB/T 3653.3 硼铁化学分析方法 高氯酸脱水重量法测定硅量；
- GB/T 3653.4 硼铁 铝含量的测定 EDTA 滴定法；
- GB/T 3653.5 硼铁化学分析方法 色层分离硫酸钡重量法测定硫量；
- GB/T 3653.6 硼铁化学分析方法 钼磷钼蓝光度法测定磷量；
- GB/T 3653.7 硼铁 硫含量的测定 红外线吸收法。

本部分为 GB/T 3653 的第 7 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由全国生铁及铁合金标准化技术委员会(SAC/TC 318)归口。

本部分起草单位：马鞍山钢铁股份有限公司、青岛博正检验技术有限公司、安徽长江钢铁股份有限公司、上海立润机电设备有限公司、安徽江南钢铁材料质量监督检验有限公司、青岛思文科检测技术有限公司、中冶建筑研究总院有限公司、冶金工业信息标准研究院。

本部分主要起草人：宋祖峰、荚江霞、朱涛、陆军、陈荣、阚斌、范玉、龙如成、王辰翁、郭士光、王忠乐、卢春生。

硼铁 硫含量的测定

红外线吸收法

警示——使用本部分的人员应有正规实验室工作实践经验。本部分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 3653 的本部分规定了红外线吸收法测定硼铁中硫含量的方法。

本部分适用于硼铁中硫含量的测定。测定范围(质量分数):0.002 0%~0.025%。

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 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 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第2部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 原理

试料于高频感应炉的氧气流中加热燃烧,生成的二氧化硫由氧气载至红外线分析器的测量室,二氧化硫吸收某特定波长的红外能,其吸收能与二氧化硫的浓度成正比,根据二氧化硫红外检测器接受能量的变化可测得硫的质量分数。

4 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂。

4.1 丙酮,分析纯。

4.2 高氯酸镁,无水,粒状。

4.3 烧碱石棉,粒状。

4.4 玻璃棉。

4.5 钨粒,硫含量小于0.000 5%,粒度0.8 mm~1.4 mm。

4.6 锡粒,硫含量小于0.000 5%,粒度0.4 mm~0.8 mm,必要时应用丙酮(4.1)清洗表面,并在室温下干燥。

4.7 纯铁,纯度大于99.98%,硫含量小于0.000 5%,粒度0.8 mm~1.6 mm。

4.8 氧气,纯度大于99.95%,其他级别氧气若能获得低而一致的空白时,也可使用。

4.9 动力气,氮气或压缩空气,其杂质(水和油)含量小于0.5%。

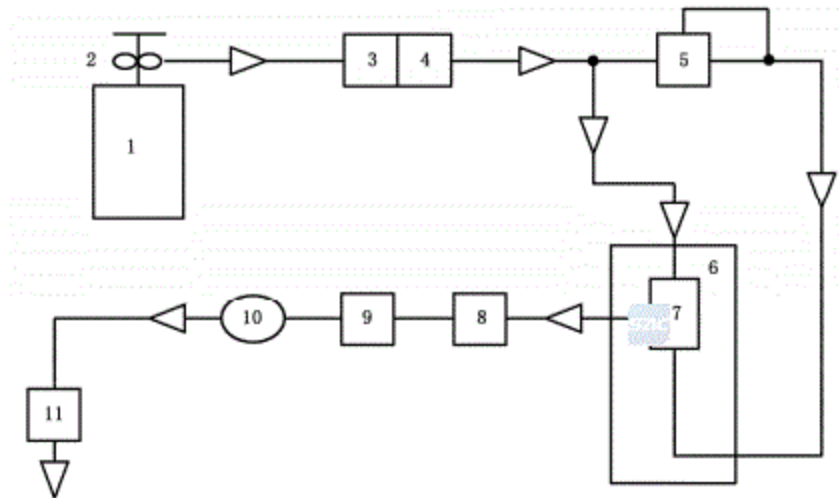
4.10 陶瓷坩埚,直径×高:23 mm×23 mm 或 25 mm×25 mm,并在不低于 1 050 ℃的高温加热炉中灼烧 2 h 以上冷却至室温后立即放置于干燥器中密封存放或于不低于 1 500 ℃的通氧炉烧制。

4.11 坩埚钳。

5 仪器及设备

5.1 红外线吸收定硫仪

红外线吸收定硫仪(灵敏度 1.0×10^{-6}),其装置如图 1。



说明:

- | | |
|-------------------------|------------------|
| 1 —— 氧气瓶; | 6 —— 高频感应炉; |
| 2 —— 两级压力调节阀; | 7 —— 燃烧管; |
| 3 —— 洗气瓶,内装烧碱石棉(4.3); | 8 —— 除尘器; |
| 4,9 —— 干燥管,内装高氯酸镁(4.2); | 10 —— 流量调节器; |
| 5 —— 压力调节器; | 11 —— 二氧化硫红外检测器。 |

图 1 红外线吸收定硫仪装置连接图

5.2 气源

5.2.1 载气系统包括氧气容器、两级压力调节器及保证供给合适压力和额定流量的时序控制部分。

5.2.2 动力气源系统包括动力气(4.9)、两级压力调节器及保证供给合适压力和额定流量的时序控制部分。

5.3 高频感应炉

应满足试样熔融温度的要求。

5.4 控制系统

控制功能包括自动装卸坩埚和炉台升降、自动清扫、分析条件选择设置、分析过程的监控和报警中断、分析数据的采集、计算、校正及处理等。

5.5 测量系统

主要由微处理机控制的电子天平(感量不大于 1.0 mg)、红外线分析器及电子测量元件组成。

6 取制样

按照 GB/T 4010 的规定进行取制样,试样应通过 0.088 mm 筛孔。

7 分析步骤

7.1 试料

称取 0.20 g 试料,精确至 0.001 g。

7.2 测定次数

同一样品,至少独立测定 2 次。

7.3 空白试验

称取 0.2 g 锡粒(4.6)、0.5 g 纯铁(4.7)和 1.5 g 钨粒(4.5)置于陶瓷坩埚(4.10)中,于同一量程或通道,按 7.5 进行测定。重复测定直到读数比较稳定为止。记录最后 3 次读数,计算平均值,并参考仪器说明书,将平均值输入到红外线吸收定硫仪中,则仪器在测定试料时会进行空白值的电子补偿。

7.4 校正试验

7.4.1 根据待测试样的硫含量,选择相应的量程或通道,并选择至少两个标准样品(标准样品硫含量范围应覆盖待测样品硫含量),依次进行校正,测得结果的波动应在再现性限 R 范围内,以确认系统的线性,否则应按仪器说明书调节系统的线性。

7.4.2 当分析条件变化时,如仪器尚未预热到 1 h,氧气源、坩埚或助熔剂的空白值发生改变时,应重新测定空白并校正。

7.5 测定

7.5.1 按待测试样的硫含量范围,分别选择仪器的最佳分析条件:如仪器的燃烧积分时间、比较水准(或设定数)的设置等。

7.5.2 将试料(7.1)置于预先盛有 0.2 g 锡粒(4.6)的陶瓷坩埚(4.10)内,均匀覆盖 0.5 g 纯铁(4.7)和 1.5 g 钨粒(4.5),按仪器说明书操作,开始分析并读取结果。

7.6 分析结果的表示

同一试样两次独立分析结果的极差值不大于重复性限 r ,则取算术平均值作为分析结果。如果两次独立分析结果的极差值大于重复性限 r ,则按照附录 A 中的规定追加测量次数并确定分析结果。

分析结果按 GB/T 8170 将数值修约至两位有效数字。

8 精密度

本部分的精密度试验是在 2018 年由 8 个实验室,对 5 个水平的硫含量进行测定;每个实验室对每个水平的硫含量在 GB/T 6379.1 规定的重复性条件下测定 3 次。

各实验室报出的原始数据(测定结果)参见附录 B。

根据 GB/T 6379.2,对得到的测定结果进行统计分析,精密度见表 1。

表 1 精密度

硫含量(质量分数)/%	重复性限 r	再现性限 R
0.002 0~0.025	$\lg r = 0.597 7 \lg w - 1.897 4$	$R = 0.098 7 w + 0.000 3$
注： w ——试样中的硫含量，%。		

9 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- a) 实验室名称和地址；
- b) 试验报告发布日期；
- c) 本部分标准编号；
- d) 样品识别必要的详细说明；
- e) 分析结果；
- f) 结果的测定次数；
- g) 测定过程中存在的任何异常特性以及本部分中未规定而可能对试样或认证标样的分析结果产生影响的任何操作。



附录 A
(规范性附录)
试验样分析值接受程序流程图

试验样分析值接受程序流程图见图 A.1。

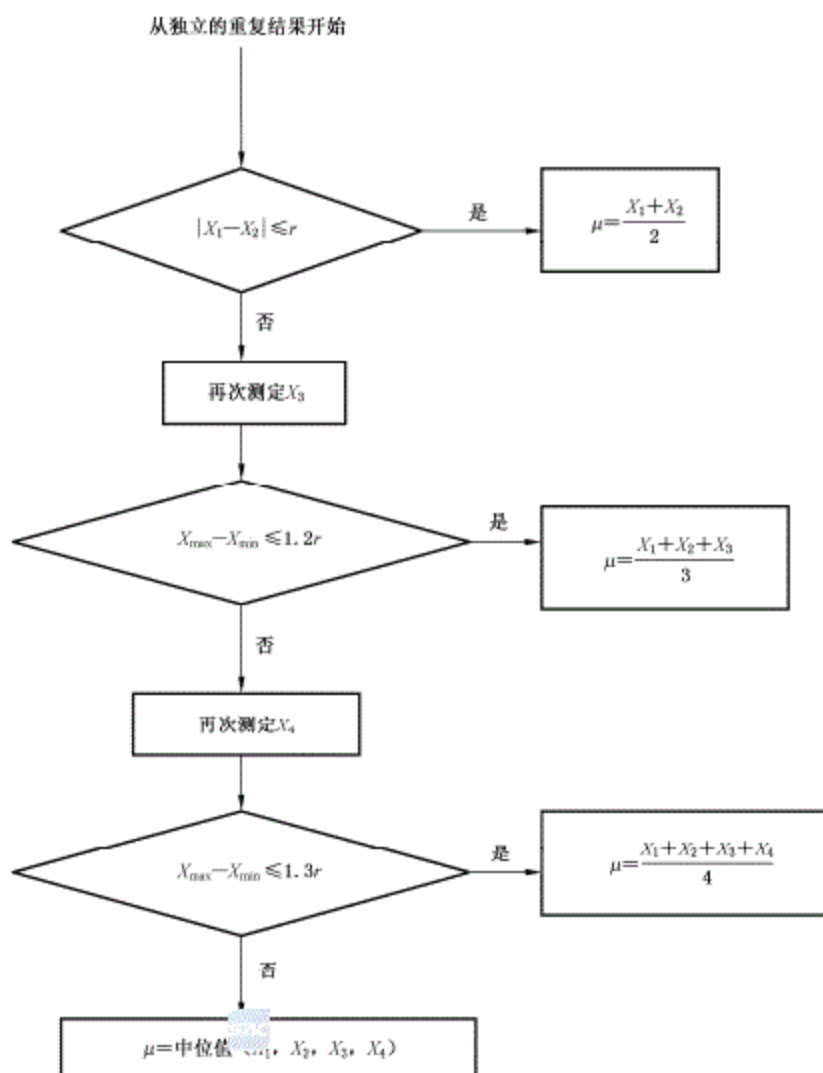


图 A.1 试验样分析值接受程序流程图

附 录 B
(资料性附录)
精密度试验原始数据

精密度试验原始数据见表 B.1。

表 B.1 精密度试验原始数据

样品	实验室测试硫含量(质量分数)/%							
	1	2	3	4	5	6	7	8
水平 1	0.001 69	0.001 01	0.001 87	0.001 52	0.001 33	0.001 46	0.001 50	0.001 74
	0.001 55	0.000 84	0.001 99	0.001 76	0.001 34	0.001 53	0.001 40	0.001 82
	0.001 55	0.000 71	0.002 10	0.001 53	0.001 34	0.001 54	0.001 45	0.001 69
水平 2	0.004 97	0.004 69	0.004 50	0.004 97	0.004 48	0.005 32	0.004 74	0.005 08
	0.005 09	0.005 09	0.004 20	0.004 72	0.004 47	0.005 09	0.004 67	0.005 15
	0.005 08	0.005 25	0.004 92	0.004 47	0.004 46	0.005 12	0.004 50	0.004 92
水平 3	0.018 4	0.016 8	0.016 5	0.017 9	0.017 2	0.018 4	0.018 1	0.017 5
	0.018 7	0.016 7	0.016 6	0.017 9	0.016 9	0.018 1	0.018 5	0.017 9
	0.018 4	0.017 5	0.017 0	0.018 2	0.017 0	0.018 6	0.018 8	0.018 9
水平 4	0.003 51	0.003 06	0.003 17	0.003 32	0.003 10	0.003 39	0.003 44	0.003 50
	0.003 05	0.003 42	0.003 38	0.003 29	0.003 14	0.003 27	0.003 35	0.003 44
	0.003 63	0.003 18	0.003 54	0.002 98	0.003 11	0.003 16	0.003 31	0.003 70
水平 5	0.011 8	0.011 1	0.008 58	0.011 5	0.011 8	0.011 2	0.011 8	0.012 5
	0.011 4	0.011 8	0.009 69	0.011 5	0.012 0	0.011 8	0.011 9	0.012 0
	0.012 1	0.010 8	0.009 19	0.011 3	0.011 7	0.012 1	0.012 0	0.012 5