

GB/T 7730.8—2000

前 言

本标准是对 GB/T 7730.8—1988 进行的修订。

本标准此次修订对下列主要技术内容进行了修改：

——增加了“2 引用标准”及“9 试验报告”两章；

——对分析结果的处理作了明确的规定。

在 GB/T 7730《锰铁及高炉锰铁化学分析方法》的总标题下包括以下部分，本标准是其中的第 8 部分。

GB/T 7730.1 电位滴定法测定锰量

GB/T 7730.2 高氯酸脱水重量法测定硅量

GB/T 7730.3 磷量的测定

GB/T 7730.5 红外线吸收法测定碳含量

GB/T 7730.6 气体容量法测定碳量

GB/T 7730.7 重量法测定碳量

GB/T 7730.8 红外线吸收法测定硫含量

GB/T 7730.9 燃烧中和滴定法测定硫量

本标准自实施之日起，代替 GB/T 7730.8—1988《锰铁及高炉锰铁化学分析方法 红外线吸收法测定硫量》。

本标准由国家冶金工业局提出。

本标准由冶金信息标准研究院归口。

本标准起草单位：新余钢铁有限责任公司。

本标准主要起草人：周学政、付 韬、王长青、周恒英、张玉滨。

本标准于 1988 年 2 月首次发布。

中华人民共和国国家标准

锰铁及高炉锰铁化学分析方法 红外线吸收法测定硫含量

GB/T 7730.8—2000

Methods for chemical analysis of ferromanganese and blast
furnace ferromanganese—The infrared absorption
method for the determination of sulfur content

代替 GB/T 7730.8—1988

1 范围

本标准规定了红外线吸收法测定硫含量。

本标准适用于锰铁及高炉锰铁中硫含量的测定。测定范围： $0.005\%(m/m) \sim 0.045\%(m/m)$ 。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 4010—1994 铁合金化学分析用试样的采取和制备

3 方法提要

试样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，其吸收能与硫的浓度成正比，根据检测器接受能量的变化可测得硫含量。

4 试剂与材料

4.1 高氯酸镁：无水、粒状。

4.2 烧碱石棉：粒状。

4.3 玻璃棉。

4.4 钨粒：硫含量小于 $0.0002\%(m/m)$ ，粒度 $0.8\text{ mm} \sim 1.4\text{ mm}$ 。

4.5 锡粒：硫含量小于 $0.0003\%(m/m)$ ，粒度 $0.4\text{ mm} \sim 0.8\text{ mm}$ 。

4.6 纯铁：纯度大于 $99.80\%(m/m)$ ，硫含量小于 $0.001\%(m/m)$ ，粒度 $0.8\text{ mm} \sim 1.68\text{ mm}$ 。

4.7 氧气：纯度大于 $99.95\%(m/m)$ ，其他级别氧气若能获得低而一致的空白时，也可使用。

4.8 动力气源：氮气或压缩空气，其杂质（水和油）含量小于 $0.5\%(m/m)$ 。

4.9 坩埚：直径×高度， $23\text{ mm} \times 23\text{ mm}$ 或 $25\text{ mm} \times 25\text{ mm}$ ，并在高于 $1200\text{ }^\circ\text{C}$ 的高温加热炉中灼烧 4 h 或通氧灼烧至空白值为最低。

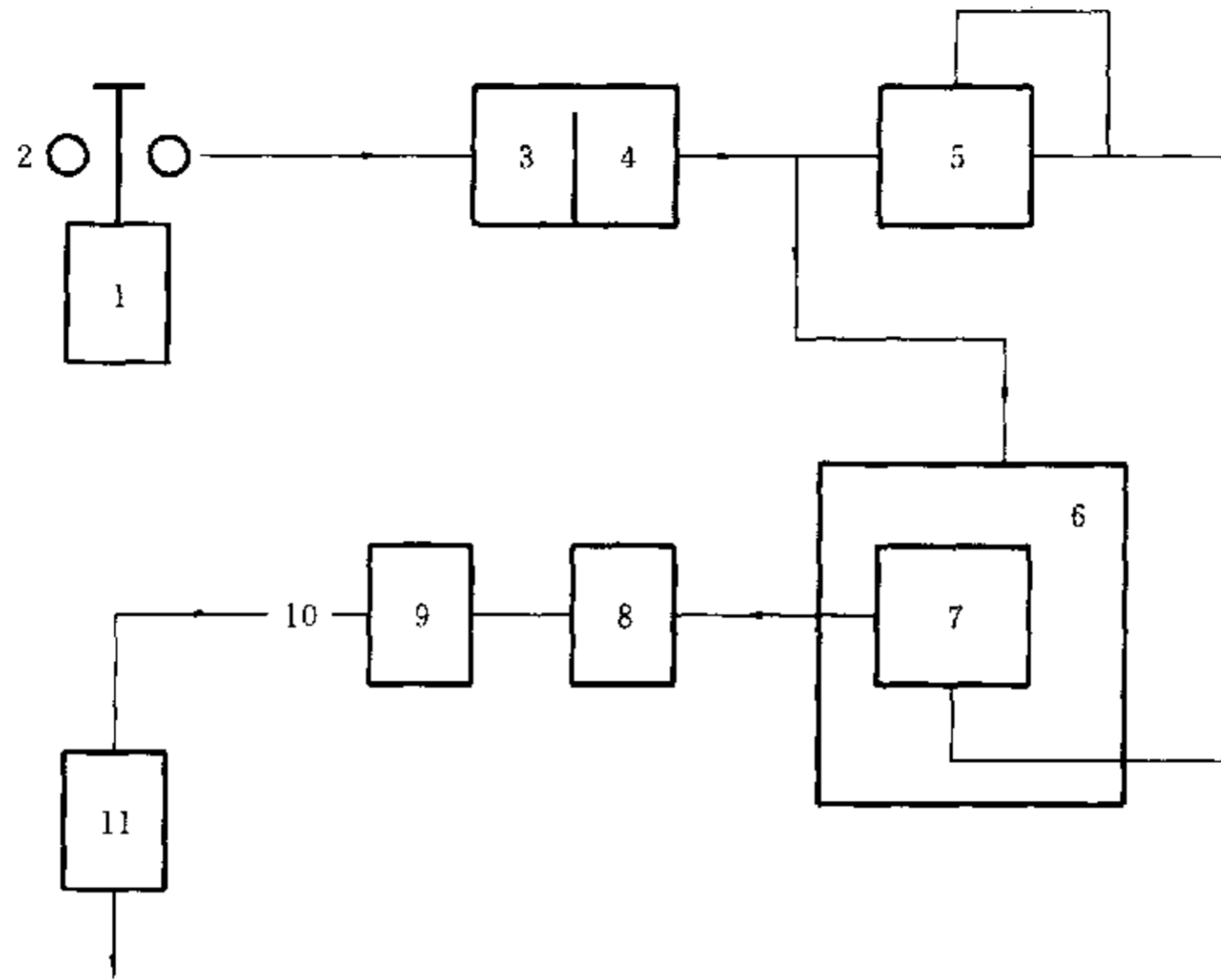
4.10 坩埚钳。

5 仪器与设备

5.1 红外线吸收定硫仪（灵敏度为 0.1×10^{-6} ），其流程图如图 1：

国家质量技术监督局 2000-11-17 批准

2001-06-01 实施



1—氧气瓶;2—两级压力调节器;3—洗气瓶;4、9—干燥管;5—压力调节器;6—高频感应炉;
7—燃烧管;8—除尘器;10—流量控制器;11—二氧化硫红外检测器

图 1 红外线吸收定硫仪流程图

5.1.1 洗气瓶:内装烧碱石棉(4.2)。

5.1.2 干燥管:内装高氯酸镁(4.1)。

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提供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(4.8)、两级压力调节器及保证提供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

5.4.1 微处理机系统包括中央处理机、存储器、键盘输入设备、信息中心显示屏及分析结果打印机等。

5.4.2 控制功能包括控制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 0.001 g)、红外线分析器及电子测量元件组成。

6 取制样

按照 GB/T 4010 规定进行取制样。试样应全部通过 0.15 mm 筛孔。

7 分析步骤

7.1 试料量

称取 0.200 g 试料,准确至 0.001 g。

7.2 空白试验

随同试料做空白试验。

7.3 分析准备

调试检查仪器,使仪器处于正常稳定状态,并选用最佳分析条件。

7.4 测定

GB/T 7730.8-2000

将试料(7.1)均匀置于预先盛有0.3 g 锡粒(4.5)的坩埚(4.9)内,再依次均匀覆盖0.5 g 纯铁(4.6)和1.8 g 钨粒(4.4),进行测定,并读取扣除空白的显示值,由校准曲线查得分析结果。

7.5 校准曲线的绘制

根据待测试料的硫含量,选择三个以上不同含量的标准样品(待测试料硫含量应落在所选标准样品硫含量的范围内),依次进行测定。以硫的百分含量为横坐标,以扣除空白后的净显示值为纵坐标,绘制校准曲线。

8 允许差

两个独立分析结果的差值应不大于表1所列允许差。

表1

%(m/m)

硫含量	允许差
≤ 0.005	0.001
$> 0.005 \sim 0.015$	0.002
$> 0.015 \sim 0.025$	0.003
$> 0.025 \sim 0.045$	0.004

9 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- a) 鉴别试料、实验室和分析日期的资料;
- b) 遵守本标准规定的程度;
- c) 分析结果及其表示;
- d) 测定中观察到的异常现象;
- e) 对分析结果可能有影响而本标准未包括的操作,或者任选的操作。