



中华人民共和国国家标准

GB 223.67—89

钢铁及合金化学分析方法 还原蒸馏-次甲基蓝光度法测定硫量

Methods for chemical analysis of iron, steel and alloy
The reducing distillation-methylene blue photometric
method for the determination of sulfur content

1989-03-31发布

1990-07-01实施

国家技术监督局发布

中华人民共和国国家标准

钢铁及合金化学分析方法 还原蒸馏-次甲基蓝光度法测定硫量

GB 223.67-89

Methods for chemical analysis of iron, steel and alloy
The reducing distillation-methylene blue photometric
method for the determination of sulfur content

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用还原蒸馏-次甲基蓝光度法测定硫量。

本标准适用于生铁、铁粉、碳钢、合金钢、高温合金及精密合金中硫量的测定。测定范围：0.001%~0.030%。

2 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。试液蒸发驱尽硝酸，以氢碘酸-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之生成次甲基蓝，于波长667 nm处测量其吸光度。

3 试剂

3.1 溴(99%以上)。

3.2 饱和溴水。

3.3 甲酸。

3.4 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.5 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.6 氢氟酸(ρ 1.15 g/mL)。

3.7 氢溴酸(ρ 1.49 g/mL)。

3.8 氮气(99.9%以上)。

3.9 盐酸-硝酸混合酸：盐酸(3.4)、硝酸(3.5)按1+1比例混合。

3.10 氢氧化钾溶液(20%)。

3.11 高锰酸钾-氯化汞溶液：称取5 g 氯化汞和2 g 高锰酸钾，分别用水溶解并稀释至50 mL，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，应及时更换。

3.12 还原剂：取500 mL 氢碘酸(ρ 1.50 g/mL)，加125 mL 冰乙酸与62 g 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2 h以上，冷却后使用。加塞避光保存。

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

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