



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 4324.23—2012  
代替 GB/T 4324.23—1984

## 钨化学分析方法 第 23 部分：硫量的测定 燃烧电导法和高频燃烧红外吸收法

Methods for chemical analysis of tungsten—  
Part 23: Determination of sulfur content—  
The combustion-conductometric titration and high frequency  
combustion-infrared absorption method

2012-12-31 发布

2013-10-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局  
中国国家标准化管理委员会 发布

## 前 言

GB/T 4324《钨化学分析方法》分为 28 部分：

- 第 1 部分：铅量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 2 部分：铋量的测定 氢化物原子吸收光谱法；
- 第 3 部分：锡量的测定 氢化物原子吸收光谱法；
- 第 4 部分：锑量的测定 氢化物原子吸收光谱法；
- 第 5 部分：砷量的测定 氢化物原子吸收光谱法；
- 第 6 部分：铁量的测定 邻二氮杂菲分光光度法；
- 第 7 部分：钴量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 8 部分：镍量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法、火焰原子吸收光谱法和丁二酮肟重量法；
- 第 9 部分：镉量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法和火焰原子吸收光谱法；
- 第 10 部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 11 部分：铝量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 12 部分：硅量的测定 氯化-钼蓝分光光度法；
- 第 13 部分：钙量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 14 部分：氯化挥发后残渣量的测定 重量法；
- 第 15 部分：镁量的测定 火焰原子吸收光谱法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 16 部分：灼烧损失量的测定 重量法；
- 第 17 部分：钠量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 18 部分：钾量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 19 部分：钛量的测定 二安替比林甲烷分光光度法；
- 第 20 部分：钒量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 21 部分：铬量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 22 部分：锰量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 23 部分：硫量的测定 燃烧电导法和高频燃烧红外吸收法；
- 第 24 部分：磷量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 25 部分：氧量的测定 脉冲加热惰气熔融-红外吸收法；
- 第 26 部分：氮量的测定 脉冲加热惰气熔融-热导法和奈氏试剂分光光度法；
- 第 27 部分：碳量的测定 高频燃烧红外吸收法；
- 第 28 部分：钨量的测定 硫氰酸盐分光光度法。

本部分为 GB/T 4324 的第 23 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 4324.23—1984《钨化学分析方法 燃烧-电导法测定硫量》。本部分与 GB/T 4324.23—1984 相比，主要变化如下：

- 测定范围作了调整，由 0.000 5%~0.012%调整为 0.000 5%~0.3%；
- 增加了红外吸收法；
- 补充了重复性条款；
- 补充了试验报告。

**GB/T 4324.23—2012**

本部分的方法一为仲裁分析方法。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分起草单位:洛阳栾川钼业集团股份有限公司、广州有色金属研究院、北京矿冶研究总院、西北有色金属研究院、株洲硬质合金集团有限公司。

本部分主要起草人:陈凤群、田永红、许琼洁、庄艾春、肖红新、王津、姜求韬、徐晓艳、王辉、李波、黄成生。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 4324.23—1984。

# 钨化学分析方法

## 第 23 部分: 硫量的测定

### 燃烧电导法和高频燃烧红外吸收法

#### 1 范围

GB/T 4324 的本部分规定了钨粉、钨条、氧化钨中硫量的测定方法。

本部分适用于钨粉、钨条、氧化钨中硫量的测定。方法一测定范围为 0.000 5%~0.012%; 方法二测定范围为 0.000 5%~0.30%。

#### 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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

#### 3 总则

除非另有说明, 在分析中仅使用确认的分析纯试剂; 所用水为蒸馏水或去离子水或相当纯度的水, 应符合 GB/T 6682 的规定。

#### 4 方法一 燃烧电导法

##### 4.1 方法提要

试料在氧气流中高温燃烧, 硫生成二氧化硫, 用碘液吸收, 电导法测定。

##### 4.2 试剂与材料

4.2.1 氧化铜: 空白值高时按下述方法处理。将电缆铜丝剪碎, 经稀硝酸洗净外层脏物, 用蒸馏水洗净硝酸, 烘干, 置于瓷舟内, 在 1 250 °C 下通氧煅烧 10 min, 取出, 倒在合金研钵中, 锤碎, 过 0.147 mm 标准筛网, 备用。

4.2.2 氧化锌: 将分析纯氧化锌装入瓷蒸发皿内于 800 °C~900 °C 高温炉内煅烧 2 h, 取出冷却, 研碎, 通过 0.147 mm 标准筛网。如果空白还不符合要求, 可再装入瓷舟内, 经 1 250 °C 下通氧煅烧 15 min, 取出, 冷却, 研碎, 通过 0.147 mm 标准筛网, 备用。

4.2.3 饱和碘液: 称取 5 g 碘, 置于预先盛有 2 000 mL 二次蒸馏水的棕色瓶中, 定期摇动, 放置数天后, 电导值不少于 20  $\mu$ S 就可使用。

4.2.4 碱性高锰酸钾溶液(30 g/L): 称取 3 g 高锰酸钾溶解于 100 mL 氢氧化钾溶液(100 g/L)中。

##### 4.2.5 硫标准溶液

4.2.5.1 配制: 称取 0.443 0 g 基准无水硫酸钠(预先经 105 °C~110 °C 烘 1 h 后, 置于干燥器中, 冷却至室温), 溶于二次蒸馏水中, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 约含 0.1 mg 硫。