

## 高频炉燃烧碘量法测定不锈钢中硫

郭 寿 鹏

(山东省冶金科学研究院, 山东 济南 250014)

**摘 要:** 将经典的硫的吸收滴定装置与高频感应炉连接, 实现了碘量法测定硫的半自动化控制, 并提高了燃烧温度, 准确地测定了不锈钢中的硫。

**关键词:** 高频感应炉; 碘量法; 不锈钢; 硫; 测量

中图分类号: 0655.23 文献标识码: B 文章编号: 1004-4620(2001)02-0051-02

### Determination of Sulphur in Stainless Steel with Iodine Quantity Method Burned in High Frequency Induction Stove

GUO Shou-peng

(Shandong Metallurgical Research Institute, Jinan 250014, China)

**Abstract:** Connecting the classical absorbing and titration equipment of determining Sulphur with high frequency induction stove, the semi-automation control of determining Sulphur with Iodine quantity method is realized, the burning temperature is heightened and the Sulphur in stainless steel is determined exactly.

**Key words:** high frequency induction stove; Iodine quantity method; stainless steel; Sulphur; determination

燃烧——碘量法作为测定钢铁中硫含量的经典方法, 在冶金、机械、建筑等行业的材料检验中, 有着广泛和普遍的应用。本实验在原实施方法的基础上<sup>(2)</sup>, 把硫的吸收、滴定装置与高频感应炉及其控制装置相连接, 实现了硫元素测定的半自动化控制。

该方法的显著优点是:

(1)用高频感应炉的自动控制装置控制整个反应的进行, 可以根据需要设定反应时间和通气时间, 使每个样品的测定在时间上具有一致性, 减少了操作人员看表计时所引起的操作误差。

(2)高频感应炉的自动清洗程序, 可以消除装样过程引入的空气中的干扰。

(3)高频感应炉的倒吹除尘功能, 可以及时除去燃烧产生的 $Fe_2O_3$ 等粉尘, 最大地减少粉尘对 $SO_2$ 的吸附, 提高测定的准确度。这是普通管式炉不具备的功能。

(4)普通的管式炉炉温只能达到 $1300^{\circ}C$ , 在测定高温合金、高合金钢以及精密合金时, 燃烧不充分。高频感应炉 $1600^{\circ}C$ 以上的高温解决了高合金钢等的燃烧问题。本实验用此方法测定了几个不锈钢中的硫的含量, 取得了满意的效果。

## 1 试剂与仪器

### 1.1 碘—碘化钾—淀粉滴定液的配制

称取4.0g KI溶于200mL水中,称取0.22g I<sub>2</sub>溶于KI溶液中,此为溶液a;称取1.0g淀粉,溶于100mL沸水中,冷却后(若不澄清,需过滤),合并a溶液于2000mL容量瓶中,滴入1mL HCl (1+1)溶液,定容。此溶液I<sub>2</sub>含量约为0.11mg/mL。

## 1.2 坩埚

取一组高频感应炉专用坩埚在1200℃灼烧2h,自然冷却后,放于干燥器中,备用。

## 1.3 钨助熔剂

把钨粒(C小于0.001%, S小于0.001%)放于烘箱中,于105℃左右烘烤2h,放于干燥器,备用。

## 1.4 高纯氧气

作为助燃气和动力气。

## 1.5 仪器装置

MHF-838A型高频感应炉;

MCS-838A型C、S分析控制器;

硫滴定装置;

高频炉的出气口经过一个塞有棉花的玻璃双球管,再与硫滴定台连接。

## 2 实验步骤

(1)连接好装置,检查气密性。

(2)设定分析时间,包括感应时间和通气时间。按分析步骤分析了非标准试样。

(3)称取试样置于坩埚中,加入钨助熔剂,放于高频感应炉中,立即启动升降阀,使系统密闭。按清洗键,清洗10s;按分析键,反应开始。立即用I<sub>2</sub>-KI-淀粉溶液滴定并保持液面蓝色,当吸收液褪色缓慢时,滴定速度也相应减慢,直至吸收液色率与原来的终点色泽相同,并保持不变。读取所消耗的滴定液的毫升数。随同实验,同时进行坩埚、助熔剂的空白测定。每做3个样品,用倒吹清除一次粉尘。

(4)用对比法,计算出所测样品硫的含量:

$$S_{\text{测}} = \frac{S_{\text{标}}(V_{\text{测}} - V_0)}{V_{\text{标}} - V_0} \times 100 \quad (1)$$

式中S<sub>标</sub>——标准样品中硫含量, %;

V<sub>标</sub>——分析标样时消耗的滴定液体积, mL;

V<sub>测</sub>——被测样品消耗的滴定液体积, mL;

V<sub>0</sub>——滴定空白时,所消耗的滴定液的平均体积, mL。

## 3 条件实验

(1)实验了纯锡、钨锡、硅钨粉、纯钨等多种助熔剂,结果证明用纯钨助熔剂时,燃烧效果最好,结果最准确。

(2)实验了分别加入0.25、0.50、0.75、1.00、1.25、1.50、1.75g钨助熔剂时样品的燃烧情况,发现加入0.75g以上钨粒,燃烧良好,结果准确;但超过1.50g以后,感应负担加重,成本提高,本实验选择加入1.00g钨助熔剂。

(3)在称样量的选择上,分别实验了称取0.2000、0.4000、0.6000、0.8000、1.000g样品时,样品的感应情况和滴定液的消耗情况,发现样品在0.4000g~0.8000g时,感应良好,滴定液消耗适中,本实验选择称样0.5000g。

(4)实验分别设定感应时间为10、15、20、25、30s,发现感应15s以后,样品已燃烧完全,本实验设定感应时间为20s。

(5)感应后通气时间设定:实验分别设定通气时间为15、20、25、30、35、40s,发现通气时间为20s后,液定液面不再变色,本实验选定通气时间为30s。

#### 4 样品分析

选取最佳反应条件:设定感应时间为20s,通气时间为30s,称样0.5000g,置于坩埚中,加纯钨助熔剂1.00g,以标样材字309做标准,测定了其他几个不锈钢标准样品中的硫。分析结果见表1。

表1 实验分析结果

标准牌号	标准值S/%	测定值S/%	测定平均值S/%	误差S/%
GSBH	0.010	0.00974	0.0103	0.00999-0.00001
11004-90		0.00996	0.0100	
		0.00977	0.0102	
GSBH	0.018	0.0175	0.0176	0.0176-0.0004
11003-90		0.0178	0.0176	
		0.0174	0.0177	
BH0610	0.0068	0.00670	0.00720	0.00692+0.00012
		0.00695	0.00689	
		0.00704	0.00673	

采用本方法对几个不锈钢标准样品的测定证明,结果准确,精密度好。同时也证明了本实验采取的消除干扰和测定误差的方法是可行的、有效的。

[返回上页](#)