



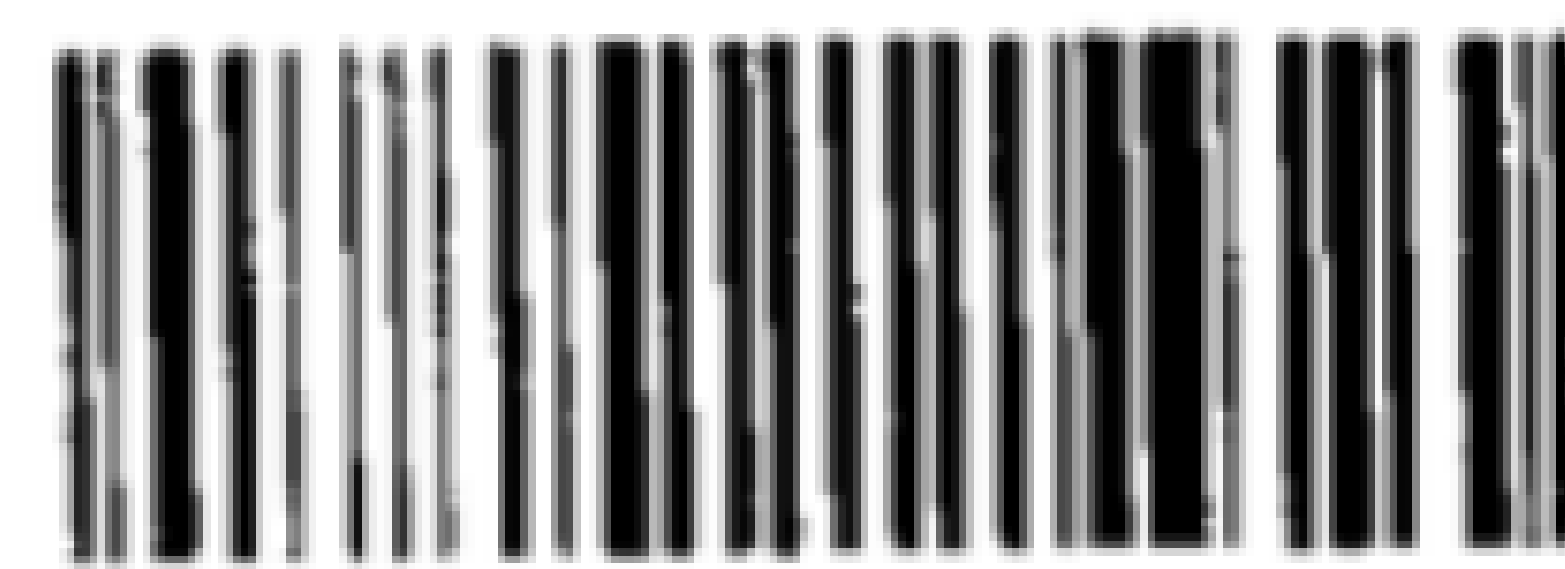
中华人民共和国国家标准

GB/T 223.86—2009/ISO 9556:1989

钢铁及合金 总碳含量的测定 感应炉燃烧后红外吸收法

Steel and iron—Determination of total carbon content—
Infrared absorption method after combustion in an induction furnace

(ISO 9556:1989, IDT)



100416000099

2009-10-30 发布

2010-05-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

GB/T 223 的本部分等同采用 ISO 9556:1989《钢铁 总碳含量的测定 感应炉燃烧后红外吸收法》。

为便于使用,本部分做了下列编辑性修改:

- “本国际标准”改为“本部分”;
- 用小数点“.”代替作为小数点的逗号“,”;
- 删除国际标准的前言。

本部分的附录 A、附录 B 和附录 C 都是资料性附录。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由全国钢标准化技术委员会归口。

本部分主要起草单位:钢铁研究总院、长安汽车(集团)有限公司、重庆市计量质量检测研究院。

本部分主要起草人:杨国荣、文元梅、李启华、张健杨。

钢铁及合金 总碳含量的测定 感应炉燃烧后红外吸收法

1 范围

GB/T 223 的本部分规定了用感应炉燃烧后红外吸收法测定钢铁中总碳含量的方法。

本部分适用于质量分数为 0.003%~4.5% 的碳含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 223 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

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 6379.1—2004,ISO 5725-1:1994,IDT)

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:确定标准测量方法的重复性和再现性的基本方法(GB/T 6379.2—2004,ISO 5725-2:1994,IDT)

GB/T 12805 实验室玻璃仪器 滴定管(GB/T 12805—1991,neq ISO 385—1984)

GB/T 12806 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶(GB/T 12806—1991,eqv ISO 1042—1983)

GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单标线吸量管(GB/T 12808—1991,eqv ISO 648—1977)

GB/T 20066 钢和铁 化学成分测定用试样的取样和制样方法(GB/T 20066—2006,ISO 14284:1996,IDT)

ISO 5725-3 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第 3 部分:标准测量方法精度的中间度量

3 原理

试料在纯氧气流中通过高频感应炉,在高温有助熔剂存在的条件下燃烧,将碳转化为二氧化碳和/或一氧化碳。

测量氧气流中的二氧化碳和/或一氧化碳的红外吸收光谱。

4 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或相当纯度的水。

4.1 水,不含二氧化碳

使用前将水煮沸 30 min,冷却至室温,通氧(4.2)吹泡 15 min。

4.2 氧气,质量分数不小于 99.5%

当怀疑氧气中存在有机污染物时,应将一个加热到 450 ℃ 以上的氧化催化剂管(氧化铜或铂)置于净化系统前(参见附录 C)。

4.3 纯铁,碳含量小于 0.001 0%(质量分数)。

4.4 合适的溶剂,适合清洗试样表面的油渍或污垢,例如,丙酮。

4.5 高氯酸镁[$\text{Mg}(\text{ClO}_4)_2$],粒度为 0.7 mm~1.2 mm。

4.6 碳酸钡

用前将碳酸钡(质量分数大于 99.5%)于 105 °C~110 °C 干燥 3 h,并置于干燥器中冷却,备用。

4.7 碳酸钠

将无水碳酸钠(质量分数大于 99.9%)于 285 °C 干燥 2 h,并置于干燥器中冷却,备用。

4.8 助熔剂:碳质量分数小于 0.001 0%的铜、钨锡混合物或钨助熔剂。

4.9 蔗糖标准溶液,相当于每升 25 g 碳

称取 14.843 g 蔗糖($\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}$)(分析纯,用前于 100 °C~105 °C 干燥 2.5 h,并置于干燥器中冷却,备用),精确至 1 mg。

将蔗糖溶于约 100 mL 水(4.1)中,定量移入 250 mL 单标线容量瓶中,用水(4.1)稀释至刻度,混匀。

此标准溶液 1 mL 含 25 mg 碳。

4.10 碳酸钠标准溶液,相当于每升 25 g 碳

称取 55.152 g 碳酸钠(4.7),精确至 1 mg,溶于 200 mL 水(4.1)中,定量移入 250 mL 单标线容量瓶中,用水(4.1)稀释至刻度,混匀。

此标准溶液 1 mL 含 25 mg 碳。

4.11 惰性瓷珠(碱石棉),用氢氧化钠浸渍,粒度为 0.7 mm~1.2 mm。

5 仪器

除非另有说明,分析中仅使用普通实验室设备。

按照 GB/T 12805、GB/T 12806 和 GB/T 12808 的要求,所用玻璃容量仪器应为 A 级。

用于在高频感应炉中燃烧及后续二氧化碳和/或一氧化碳红外吸收测量的仪器,可以从许多生产厂家购买。按照厂家说明书操作仪器。

市售仪器的性能参见附录 C。

5.1 微量移液管,100 μL ,误差应小于 1 μL 。

5.2 锡囊,直径约 6 mm,高 18 mm,质量 0.3 g,容积约 0.4 mL,碳质量分数小于 0.001 0%。

5.3 瓷坩埚,能够用于在感应炉中燃烧

用前将瓷坩埚置于电炉中,在空气或氧气流中于 1 100 °C 灼烧不少于 2 h,并储存在干燥器中。

注:用于测定低碳含量样品时,坩埚应在氧气流中于 1 350 °C 下灼烧。

6 取制样

按照 GB/T 20066 或适当的国家标准取制样。

7 分析步骤

警告:与燃烧分析有关的危险主要是预烧瓷坩埚和熔化过程中的燃烧。任何时候都要使用坩埚钳,并将用过的坩埚存放合适的容器中。操作氧气钢瓶应小心。燃烧过程中的氧气应有效地从仪器中清除,因为高浓度的氧气在有限空间内易造成火灾。

7.1 通用操作说明

采用装有用氢氧化钠浸渍的惰性瓷珠(碱石棉)(4.11)和高氯酸镁(4.5)的管子净化供给的氧气。待机时维持静止的流速。安装一个玻璃棉过滤器或不锈钢网作为灰尘捕集器。必要时应清洗和更换。

燃烧室、基座柱、过滤井应经常清洁,以除去积存的氧化物。

停机一段时间后开机,应根据仪器厂商推荐的稳定时间,使仪器的各项指标达到稳定。

清洁燃烧室和/或更换过滤器,或仪器停用一段时间后,进行分析前应先燃烧几个与被测样品类型相似的样品稳定仪器。

给仪器通氧并调节零点。

如果仪器直接给出碳的百分含量,按下列方法调节每一个校准范围的仪器读数。

选择一个碳含量接近校准系列中最高点的有证参考物质,按 7.4 规定的方法测量有证参考物质的碳含量。

将仪器读数调至标准值。

注:这种调节应在 7.5 规定的校准曲线建立之前进行,不能代替或修正校准曲线。

7.2 试料

用合适的溶剂(4.4)洗去试样表面的油脂,用热风吹干。

碳质量分数小于 1.0% 时,称取约 1 g 试料;质量分数大于 1.0% 时,称取约 0.5 g 试料,精确至 1 mg。

注:试料量应根据所用仪器型号而定。

7.3 空白试验

测量前,做两份下述空白试验。

将锡囊(5.2)(见注 1)移入瓷坩埚(5.3)中,轻轻按压锡囊,使其位于坩埚底部。加入与试料(7.2)等量的纯铁(4.3)和助熔剂(4.8)(见注 2)。

按 7.4 中 7.4.2 和 7.4.3 的规定处理坩埚和所盛材料。

得到空白读数,根据校准曲线(7.5)将空白读数转化成碳的毫克数。

由空白试验的碳量减去所用纯铁中的碳量(4.3)得到空白值。

由两个空白值计算空白平均值(\bar{m}_1)(见注 3)。

注 1:当采用校正曲线 7.5.1 或 7.5.2 时,用下述方法制备锡囊。

锡囊准备:用微量移液管(5.1)移取 100 微升水(4.1)于锡囊(5.2)中,于 90 °C 干燥 2 h。

注 2:助熔剂用量取决于仪器特性和所分析材料的类型,用量要保证能使试料完全燃烧。

注 3:两个空白值之差和它们的平均值,均不应超过 0.01 mg。如果这些数值异常高,应调查并消除污染源。

7.4 测量

7.4.1 将锡囊(5.2)移入瓷坩埚(5.3),轻轻按压锡囊,使其位于坩埚底部。加入试料(7.2),并于表面覆盖适量的助熔剂(4.8)(见 7.3 中注 2)。

7.4.2 将瓷坩埚及所盛材料放在基座上,升至燃烧位置,并锁定系统,按厂家说明操作燃烧炉。

7.4.3 经燃烧和测量后,移出并弃去坩埚,记录分析读数。

7.5 校准曲线的建立

7.5.1 碳含量(质量分数)在 0.003%~0.01% 的样品

7.5.1.1 校准系列的准备

按表 1 移取一定体积的蔗糖标准溶液(4.9)或碳酸钠标准溶液(4.10)于 5 个 250 mL 单标线容量瓶中,用水(4.1)稀释至刻度,混匀。

用微量移液管(5.1)移取稀释后的标准溶液各 100 μ L 于 5 个锡囊(5.2)中,于 90 °C 干燥 2 h。

在干燥器中冷却至室温。

表 1

| 标准溶液体积 (4.9)或(4.10) mL | 每毫升稀释液中的碳质量 mg | 移入锡囊中的 碳质量 mg | 试料中碳含量 (质量分数) % |
|------------------------------|-------------------|---------------------|-----------------------|
| 0 ^a | 0 | 0 | 0 |
| 1.0 | 0.10 | 0.010 | 0.001 |
| 2.0 | 0.20 | 0.020 | 0.002 |
| 5.0 | 0.50 | 0.050 | 0.005 |
| 10.0 | 1.00 | 0.100 | 0.010 |
| ^a 零点。 | | | |

7.5.1.2 测量

将装有蔗糖或碳酸钠的锡囊放入瓷坩埚(5.3),轻轻按压锡囊,使其位于坩埚底部。加 1.000g 纯铁(4.3),并于表面覆盖与测定试料时等量的助熔剂(4.8)(见 7.3 的注 2)。

按 7.4.2 和 7.4.3 的规定处理坩埚和所盛材料。

7.5.1.3 校准曲线的绘制

从校准系列的每个点的读数中减去零点读数,得到净读数。

以净读数对校准系列的每个点碳的毫克数绘制校准曲线。

7.5.2 碳含量(质量分数)在 0.01%~0.1%的样品

7.5.2.1 校准系列的准备

按表 2 移取一定体积的蔗糖标准溶液(4.9)或碳酸钠标准溶液(4.10)于 5 个 50 mL 单标线容量瓶中,用水(4.1)稀释至刻度,混匀。

用微量移液管(5.1)移取稀释后的标准溶液各 100 μL 于 5 个锡囊(5.2)中,于 90 ℃干燥 2 h。

在干燥器中冷却至室温。

表 2

| 标准溶液体积 (4.9)或(4.10) mL | 每毫升稀释液中的碳质量 mg | 移入锡囊中的 碳质量 mg | 试料中碳含量 (质量分数) % |
|------------------------------|-------------------|---------------------|-----------------------|
| 0 ^a | 0 | 0 | 0 |
| 2.0 | 1.0 | 0.10 | 0.010 |
| 4.0 | 2.0 | 0.20 | 0.020 |
| 10.0 | 5.0 | 0.50 | 0.050 |
| 20.0 | 10.0 | 1.00 | 0.100 |
| ^a 零点。 | | | |

7.5.2.2 测量

按 7.5.1.2 规定的步骤进行操作。

7.5.2.3 校准曲线的绘制

按 7.5.1.3 规定的步骤进行操作。

7.5.3 碳含量(质量分数)在 0.1%~1.0%的样品

7.5.3.1 校准系列的准备

按表 3 称取碳酸钡(4.6)或碳酸钠(4.7),精确至 0.1 mg,移入 5 个锡囊中。

表 3

| 参考物质质量 mg | | 移入锡囊中的 碳质量 mg | 试料中碳含量 (质量分数) % |
|------------------|----------------|---------------------|-----------------------|
| 碳酸钡(4.6) | 碳酸钠(4.7) | | |
| 0 ^a | 0 ^a | 0 | 0 |
| 16.4 | 8.8 | 1.0 | 0.10 |
| 32.9 | 17.7 | 2.0 | 0.20 |
| 82.1 | 44.1 | 5.0 | 0.50 |
| 164.3 | 88.2 | 10.0 | 1.00 |
| ^a 零点。 | | | |

7.5.3.2 测量

将装有碳酸钡或碳酸钠的锡囊放入瓷坩埚(5.3),轻轻按压锡囊,使其位于坩埚底部。加 1.000g 纯铁(4.3),并于表面覆盖与测定试料时等量的助熔剂(4.8)(见 7.3 的注 2)。

按 7.4.2 和 7.4.3 的规定处理坩埚和所盛材料。

7.5.3.3 校准曲线的绘制

按 7.5.1.3 规定的步骤进行操作。

7.5.4 碳含量(质量分数)在 1.0%~4.5%的样品

7.5.4.1 校准系列的准备

按表 4 称取碳酸钡(4.6)或碳酸钠(4.7),精确至 0.1 mg,移入 5 个锡囊(5.2)中。

注:如果称取的碳酸钡不能移入锡囊中,可直接置于瓷坩埚底部。

表 4

| 参考物质质量 mg | | 移入锡囊中的 碳质量 mg | 试料中碳含量 (质量分数) % |
|------------------|----------------|---------------------|-----------------------|
| 碳酸钡(4.6) | 碳酸钠(4.7) | | |
| 0 ^a | 0 ^a | 0 | 0 |
| 82.1 | 44.1 | 5.0 | 1.0 |
| 164.3 | 88.2 | 10.0 | 2.0 |
| 246.4 | 132.3 | 15.0 | 3.0 |
| 369.7 | 198.6 | 22.5 | 4.5 |
| ^a 零点。 | | | |

7.5.4.2 测量

将装有碳酸钡或碳酸钠的锡囊放入瓷坩埚(5.3)中,轻轻按压锡囊,使其位于坩埚底部。加 0.500g 纯铁(4.3),并于表面覆盖与测定试料时等量的助熔剂(4.8)(见 7.3 的注 2)。

按 7.4.2 和 7.4.3 的规定处理坩埚和所盛材料。

7.5.4.3 校准曲线的绘制

按 7.5.1.3 规定的步骤进行操作。

8 结果表示

8.1 计算方法

用校准曲线(7.5)将试料分析读数转换为碳的毫克数。

碳含量以质量分数 w_c 计,数值以%表示,按下式计算:

$$w_c = \frac{(m_0 - \overline{m}_1)}{m \times 100^3} \times 100 = \frac{(m_0 - \overline{m}_1)}{10m} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- m_0 ——试料中碳的质量,单位为毫克(mg);
- \overline{m}_1 ——空白试验(7.3)中碳的质量,单位为毫克(mg);
- m ——试料(7.2)的质量,单位为克(g)。

8.2 精密度

本方法精密度试验是由 22 个实验室,对 12 个碳的水平进行测定,每个实验室对每个水平的碳含量测定 3 次(见注 1 和注 2)。

所用试样和所得平均结果列于附录 A 中表 A.1。

所得结果根据 GB/T 6379.1、GB/T 6379.2 和 ISO 5725-3 进行统计处理。

所得数据表明碳含量与测定结果(见注 3)的重复性限(r)和再现性限(R 和 R_w)呈对数关系,汇总于表 5。数据的图示由附录 B 给出。

- 注 1: 三次测定中的两次是在 GB/T 6379.1 规定的重复性条件下进行的,即由同一操作员、用相同的设备、相同的实验条件、同一校准,在最短的时间内进行测定。
- 注 2: 第三次测定由注 1 中的操作员,用相同的设备,在不同的时间(不同天),用新的校准进行。
- 注 3: 由第一天所得两个结果,按 GB/T 6379.2 计算重复性限(r)和再现性界限(R)。由第一天所得的第一个结果和第二天所得的结果,按 ISO 5725-3 计算实验室内的再现性限(R_w)。

表 5

| 碳含量(质量分数) % | 重复性限 r | 再现性限 | |
|----------------|-------------|----------|----------|
| | | R | R_w |
| 0.003 | 0.000 53 | 0.001 19 | 0.000 77 |
| 0.005 | 0.000 69 | 0.001 60 | 0.001 02 |
| 0.01 | 0.000 99 | 0.002 40 | 0.001 50 |
| 0.02 | 0.001 42 | 0.003 59 | 0.002 20 |
| 0.05 | 0.002 29 | 0.006 12 | 0.003 65 |
| 0.1 | 0.003 29 | 0.009 17 | 0.005 36 |
| 0.2 | 0.004 72 | 0.013 7 | 0.007 85 |
| 0.5 | 0.007 62 | 0.023 4 | 0.013 0 |
| 1.0 | 0.011 0 | 0.035 1 | 0.019 1 |
| 2.0 | 0.015 7 | 0.052 6 | 0.028 0 |
| 4.5 | 0.024 0 | 0.084 4 | 0.043 8 |

9 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- a) 鉴别试料、实验室和分析日期等资料;
- b) 遵守本部分规定的程度;
- 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部分未包括的操作或者任选的操作。

附 录 A
(资料性附录)
国际合作试验附加资料

在 1985 年,由分布在 8 个国家的 22 个实验室对 7 个钢样品和 5 个铁样品进行了分析。列于表 5 中的数据由这次国际分析实验的结果计算而得。

实验结果公布在文件 17/1N 688,4 月 1986 上。图示精密度数据参见附录 B。

实验用的样品列于表 A.1。

表 A.1

| 样品 | 碳含量(质量分数)/% | | |
|--|-------------|---------|---------|
| | 认定值 | 测定值 | |
| | | w_1 | w_2 |
| EURO B 097-1 高纯铁 | <0.002 | 0.001 4 | 0.001 3 |
| JSS 001-2 高纯铁 | 0.004 7 | 0.004 5 | 0.004 4 |
| NBS SRM 365 电解铁 | 0.006 8 | 0.007 5 | 0.007 5 |
| BCS 431/1 碳钢 | 0.026 | 0.025 8 | 0.025 7 |
| JSS 171-3 低碳钢 | 0.042 | 0.041 2 | 0.040 9 |
| NBS SRM 15g 碳钢 | 0.094 | 0.092 8 | 0.092 6 |
| JSS 0304 碳钢 | 0.18 | 0.183 | 0.182 |
| EURO F 080-1 碳钢 | 0.452 | 0.457 | 0.456 |
| NBS SRM 14f 碳钢 | 0.753 | 0.760 | 0.760 |
| EURO B 063-1 碳钢 | 1.26 | 1.267 | 1.266 |
| NBS SRM 3d 白铁 | 2.54 | 2.556 | 2.559 |
| JSS 110-7 铸铁 | 4.12 | 4.095 | 4.095 |
| w_1 :同一天测试数据的平均值。 w_2 :不同天测试数据的平均值。 | | | |

附录 B
(资料性附录)
精密度数据图示

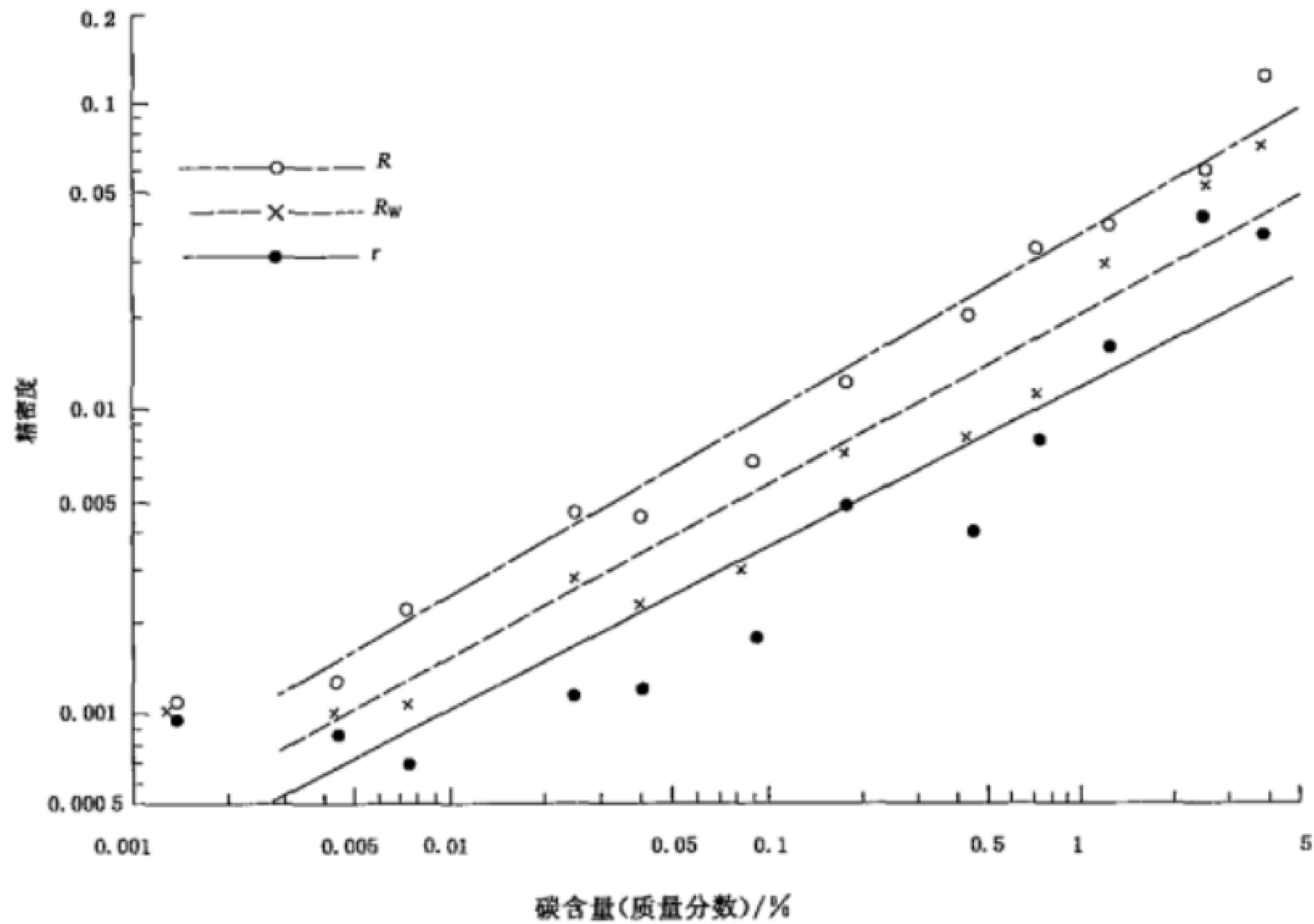


图 B.1 碳含量与重复性限(r)或再现性限(R 和 R_w)间的对数关系

附录 C

(资料性附录)

市售高频感应炉和红外碳分析仪的性能特点

C.1 氧气源

氧气源配备有微调阀门和压力表,压力调节器用来按照厂家要求控制炉子的氧气压力,通常为 28 kN/m^2 。

C.2 净化单元

包括二氧化碳吸收管中浸渍过氢氧化钠的惰性磁珠和脱水管中的高氯酸镁。

C.3 流量计

可测量氧气流量为 $0 \text{ L/min} \sim 4 \text{ L/min}$ 。

C.4 高频感应炉

C.4.1 燃烧炉包括感应线圈和高频发生器,炉腔装有石英管(如外径 $30 \text{ mm} \sim 40 \text{ mm}$,内径 $26 \text{ mm} \sim 36 \text{ mm}$,长 $200 \text{ mm} \sim 220 \text{ mm}$),可内置于感应线圈中,石英管顶端和底端带有金属板,通过 O 型圈与管子密封。气体流入和流出经过金属板。

C.4.2 高频发生器表观功率通常为 $1.5 \text{ kVA} \sim 2.5 \text{ kVA}$,但不同厂家所用的频率可能不同,频率为 $2 \text{ MHz} \sim 6 \text{ MHz}$, 15 MHz 和 20 MHz 均使用过,高频发生器给环绕着石英炉管的感应线圈供电。高频发生器通常用空气来冷却。

C.4.3 将盛有样品、熔剂和助熔剂的坩埚置于基座杆上。基座杆被精确定位,使其升起后,坩埚内的金属恰好位于感应线圈内,以便供电时有效耦合。

C.4.4 耦合程度取决于感应线圈直径、圈数、炉腔几何尺寸和高频发生器功率,这些参数由仪器厂家确定。

C.4.5 燃烧过程中所能达到的温度部分取决于 C.4.4 中的参数,但也取决于坩埚中金属的特性、试料的形状和材料的质量,这些参数可由操作者在一定范围内选择。

C.5 粉尘捕集器

能够捕集来自炉子氧气流中的金属氧化物粉尘。

C.6 去硫管

由内装铂箔或铂硅胶的加热氧化管和盛有纤维棉三氧化硫捕集器组成。

C.7 红外气体分析仪

C.7.1 对于大多数仪器而言,燃烧气体产物由流量恒定的氧气载入分析系统,气体流经红外池,如 LUFT 型,测量由二氧化碳和/或一氧化碳对红外辐射产生的吸收,并对预定时间段进行积分。信号被放大并转换成碳的百分含量的数值。

C.7.2 有些仪器可能将燃烧产物以控制压力的方式收集在一定体积的氧气中,分析混合物中的一氧

化碳和/或二氧化碳。

C.7.3 电子控制装置通常用来调节仪器零点,补偿空白,调整校准曲线的斜率和校正非线性响应。分析仪通常能够输入标准样品或试料的质量,对输出结果进行自动校正;仪器也可配备一体化的自动天平,用以称量坩埚、试料,并将质量的数值传送至计算机。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
钢铁及合金 总碳含量的测定
感应炉燃烧后红外吸收法
GB/T 223.86—2009/ISO 9556:1989

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

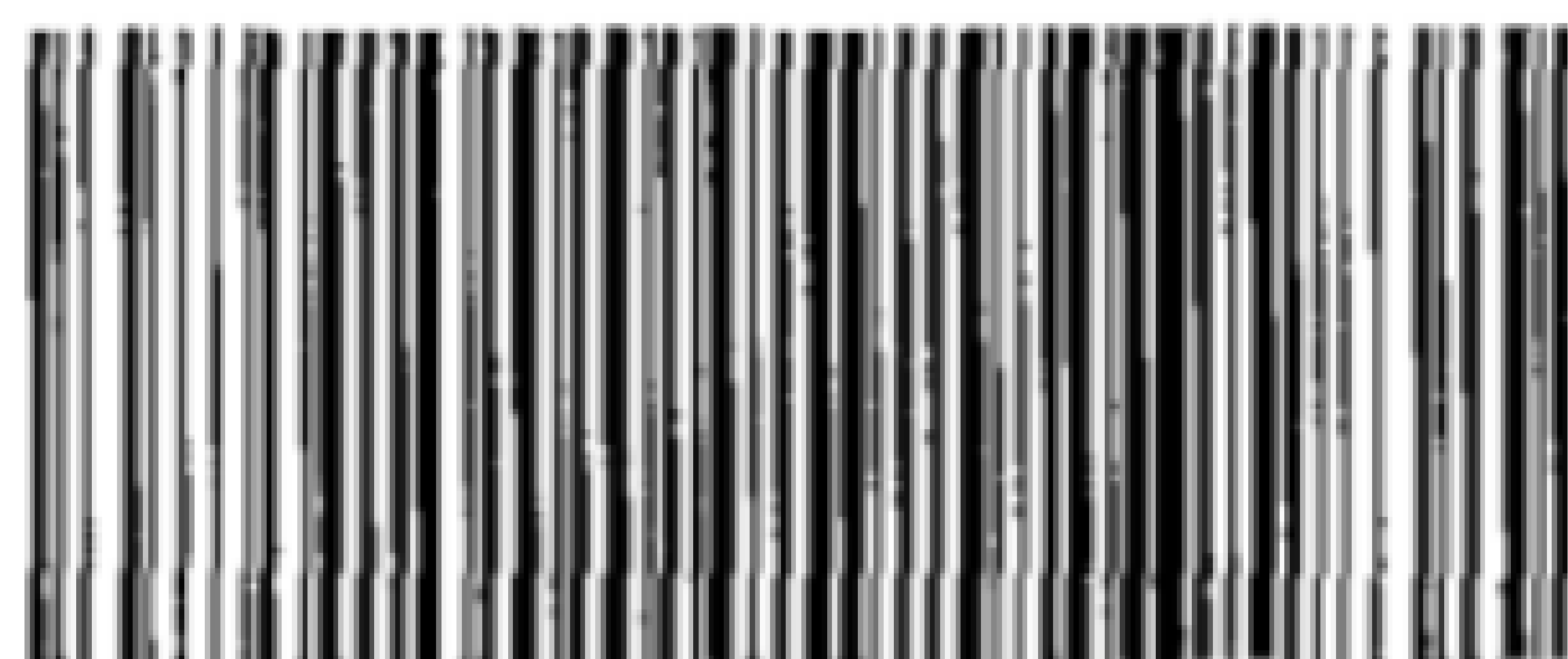
*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 20 千字
2009年12月第一版 2009年12月第一次印刷

*

书号:155066·1-39369 定价 18.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB/T 223.86-2009

www.bzxz.net

免费标准下载网