



# 中华人民共和国黑色冶金行业标准

YB/T 4145—2006

## 碳硫分析专用坩埚

Special oven for carbon and sulphur analysis

2006-08-19 发布

2006-12-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

## 前 言

本标准的附录 A 为规范性附录。

本标准由中国钢铁工业协会提出。

本标准由冶金工业信息标准研究院归口。

本标准起草单位：醴陵市茶山万财坭坭瓷业有限公司、冶金工业信息标准研究院、太原钢铁(集团)有限公司。

本标准主要起草人：文作为、文万财、梁建文、薛楠、魏绪俭。

## 碳硫分析专用坩埚

### 1 范围

本标准规定了碳硫分析专用坩埚的术语、结构、技术要求、使用要求以及包装、储运、标志和质量证明书。

本标准适用于以天然矿物岩石为原料,经加压、烧结成型的碳硫分析专用坩埚(以下简称坩埚)。

### 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。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标准,然而,鼓励根据本标准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标准。

GB/T 3299 日用陶瓷器吸水率测定方法

GB/T 3301 日用陶瓷器的容积、口径误差、高度误差、重量误差、缺陷尺寸的测量方法

### 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

#### 3.1

缺棱 edge-lack

坩埚口边缘的破损现象。

#### 3.2

龟纹 fissure

坩埚表面不规则的微小裂纹。

#### 3.3

裂纹 crackle

指坯开裂而形成的纹状缺陷。

#### 3.4

熔洞 fusion hole

易熔物在烧成过程中熔融而产生的孔洞。

#### 3.5

斑点 specks or iron spots

制品表面呈现的有色污点,又称铁点。

#### 3.6

耐温性 heat-resistance

坩埚在高温炉中,随温度升至 1500℃时而不被损坏的能力。

#### 3.7

开裂率 ratio of crack

坩埚在高温炉中,由室温升至 1500℃左右时,坩埚开裂的比率。

#### 3.8

吸水率 percent of water absorption

陶瓷胎体开口气孔吸饱水后,所吸入水的重量对试样经 110℃干燥至恒重后的质量百分比。

4 结构及代号

4.1 坩埚主要结构,见图 1。

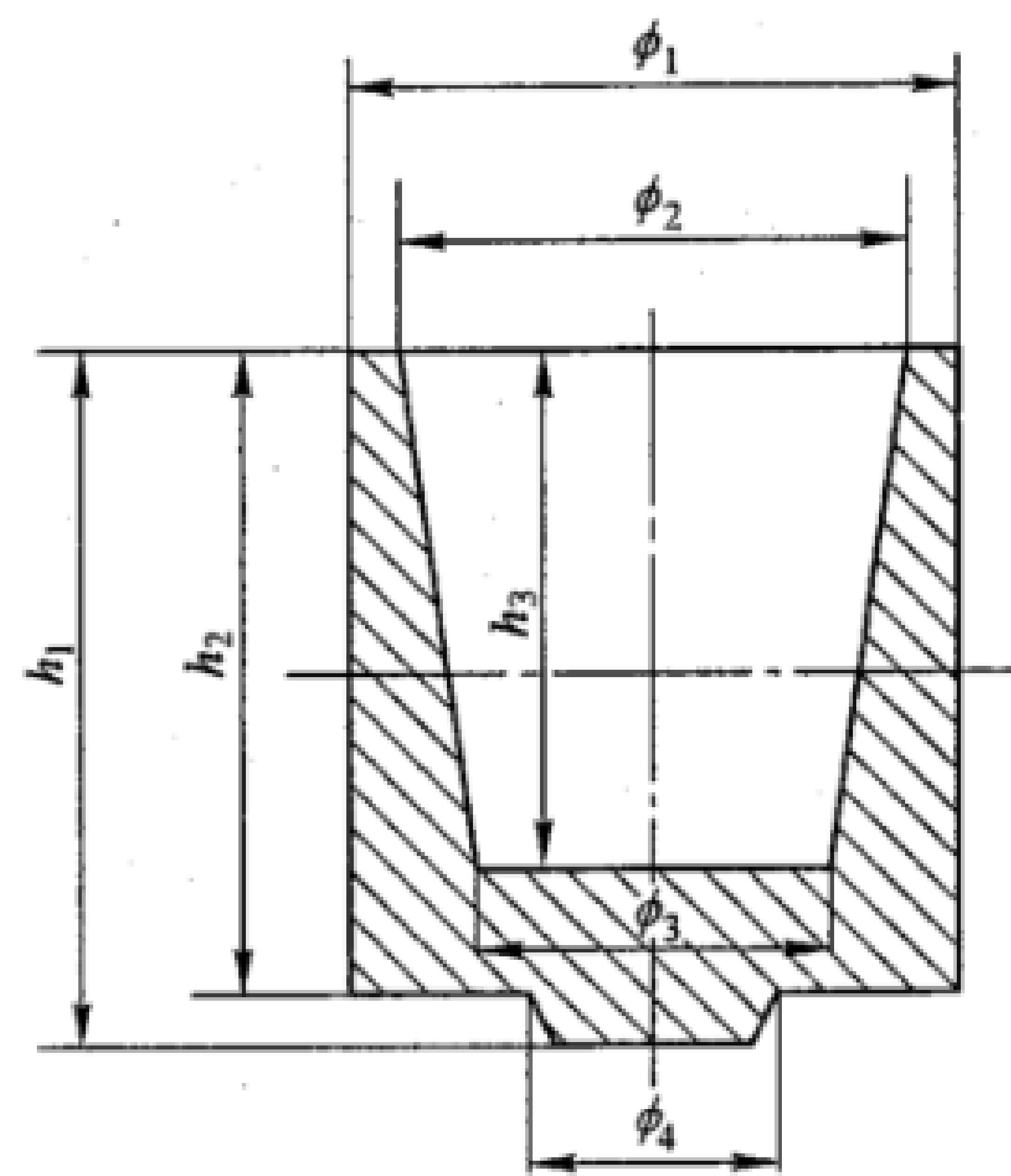


图 1 坩埚主要结构

4.2 坩埚的代号用大写普通和超低两字的汉语拼音字首表示,即 PT 表示普通型坩埚;CD 表示超低碳硫型坩埚,随后的阿拉伯数字表示坩埚的高度和外径尺寸。

例如:

PT 23×23 表示普通型坩埚,高度为 23mm,外径为 23mm。

5 技术要求

5.1 原料

5.1.1 原料选择高岭土( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )、石英石( $\text{SiO}_2$ ),按一定比例混合,主要技术指标见表 1。

表 1 主要技术指标

原料名称	高岭土	石英石
主要化学成分(质量分数).%	$\text{Al}_2\text{O}_3$ : 70~80	$\text{SiO}_2$ : $\geq 90$
混合比, %	40~60	40~60

5.1.2 原料的粒度为 0.055mm~0.800mm。

5.1.3 在成型前应除掉原料中存在的游离碳,以及影响产品质量的杂质氧化物。

5.1.4 成型前原料碳含量应小于 0.0010%;硫应小于 0.0010%。

5.2 坩埚的外观及规格

5.2.1 坩埚外观不允许有裂纹及妨碍使用的缺棱、熔洞、龟纹等缺陷。

5.2.2 坩埚的表面缺陷应符合表 2 的规定。

5.2.3 坩埚表面色泽应比较均匀,其内表面不允许有杂色斑点,外表面的杂色斑点之和不大于圆柱表面积 的 10%。

5.2.4 坩埚的尺寸及允许偏差应符合表 3 中的规定。

5.2.5 坩埚的壁厚应均匀。

表 2 坩埚的表面缺陷

缺陷项目	范 围	评定标准	缺陷项目	范 围	评定标准
缺 棱	长度 >2.0mm	不允许	熔 洞	直径 ≤1.5mm	不超过 3 个
	宽度 >1.5mm	不允许		深度 ≤1.0mm	不超过 3 个
	长度 1.0mm~2.0mm	不超过 3 个	龟 纹	内表面	不允许
	宽度 1.0mm~1.5mm	不超过 3 个		外表面	不 限
	长度 <1.0mm	不 限	裂 纹	内表面	不允许
	宽度 <1.0mm	不 限		外表面	不允许

表 3 坩埚的尺寸及允许偏差 单位为 mm

	$h_1$		$h_2$		$h_3$		$\phi_1$		$\phi_2$		$\phi_3$		$\phi_4$	
	基本尺寸	允许偏差	基本尺寸	允许偏差	基本尺寸	允许偏差	基本尺寸	允许偏差	基本尺寸	允许偏差	基本尺寸	允许偏差	基本尺寸	允许偏差
PT 23×23	24	+1 0	23	+1 0	15	+0.5 0	23	+0.5 -0.5	18	+0.5 -0.5	14	+0.5 -0.5	11	0 -1
PT 25×25	26	+1 -1	25	+1 -1	18	+0.5 -0.5	25	+0.5 -0.5	19	+0.5 -0.5	16	+1 -1	11	0 -1
CD 25×25	26	+1 -1	25	+1 -1	18	+0.5 -0.5	25	+0.5 -0.5	19	+0.5 -0.5	16	+1 -1	11	0 -1

5.3 化学成分

坩埚的碳硫含量

普通型坩埚空白值碳含量小于 0.0005%，硫含量小于 0.0005%；超低碳硫型坩埚空白值碳含量小于 0.0003%，硫含量小于 0.0002%。

5.4 物理性能

5.4.1 坩埚的耐温性

坩埚的耐温性一般不超过 1500℃。

5.4.2 坩埚的开裂率

坩埚的开裂率小于 3%。

5.4.3 吸水率

坩埚的吸水率大于 3%。

5.5 检验内容

5.5.1 原料中碳、硫含量的测定

原料中碳、硫元素的检验方法应按附录 A 的规定。

5.5.2 外观检验

通常在自然光条件下进行目测，并应符合表 2 的要求(用符合精度要求的量具检查)。

5.5.3 规格检验

坩埚的主要规格尺寸检验，按 GB/T 3301 的规定。

5.5.4 空白值测定

坩埚的空白值检验应按附录 A.3.5 的规定。一般连续测量不少于 40 个坩埚的碳硫含量，用其算术平均值作为坩埚的碳硫空白值。

5.5.5 开裂率的检验

在测量碳、硫空白值的同时,观察坩埚的开裂情况,用已开裂坩埚除以总坩埚数计算出开裂率。

#### 5.5.6 耐温性检验

坩埚置于高温炉中,随室温升至 1500℃,保温 5min。关闭电源,随炉温降至室温后,取出检验坩埚无变形,尺寸符合表 3 中规定。

#### 5.5.7 吸水率检验

坩埚的吸水率测定按 GB/T 3299 规定。

#### 5.5.8 出厂检验及判定

生产厂家应对每批(窑)产品进行随机抽样检验。外观检验和规格检验抽取数量为成品的 1‰或不少于 100 只,空白值的测定、开裂率和耐温性的检验一般连续测量不少于 40 个坩埚。如果抽样检验合格,即本批(窑)产品合格,允许出厂。如果检验不合格可重新抽取数量进行检验,检验抽取数量为成品的 2‰或不少于 200 只,如果检验合格,即本批(窑)产品合格,允许出厂。如果检验仍不合格,则视为本批(窑)产品不合格,不予出厂。

### 6 预处理要求

坩埚除原料和制作过程中带来的空白外,还具有一定的吸附性,使用前应避免水分、二氧化硫和二氧化碳对分析结果的影响。一般采用以下两种预处理方法:

方法 1,将坩埚置于高温炉中,在温度 1200℃下灼烧不少于 2h,取出稍冷,放置于干燥器中备用(不宜超过 4h)。

方法 2,将坩埚置于管式坩埚处理炉中,通入纯氧气(质量分数 99.99%),在温度 1200℃下灼烧不少于 1h。

### 7 包装、储运、标志和质量证明书

#### 7.1 包装

7.1.1 坩埚采用锡箔纸或纯铝白纸包装,最小包装单元为每 10 只一卷筒。放入衬有塑料薄膜的纸质包装箱内,依次排列好,层与层之间隔以瓦楞纸,每箱装 1000 只。

7.1.2 需方对包装如有特殊要求,可由供需双方协议商定。

#### 7.2 储运

坩埚应储存在通风良好的库房中,空气中不应含有腐蚀气体,并注意防潮。包装好的坩埚应适应任何运输工具的运输,运输途中应避免碰撞和雨、雪的直接淋袭。

#### 7.3 标志

包装箱的表面需注有不掉色的标志,包括产品名称、数量、规格型号、坩埚的碳硫空白值、出厂日期以及生产厂名称等。

#### 7.4 质量证明书

包装箱内须附有证明产品符合订货合同或标准要求的质量证明书,质量证明书上应注明:

- a) 生产厂名称;
- b) 产品名称、规格型号及坩埚的碳硫空白值;
- c) 出厂或生产日期;
- d) 检验人员代号;
- e) 标准号或合同号。

附录 A  
(规范性附录)  
坩埚(材质)空白的测定

A.1 试剂

A.1.1 纯铁助熔剂

粒度小于 1.25mm,含碳、硫的质量分数分别小于 0.0005%。

A.1.2 五氧化二钒

分析纯,使用前在马弗炉中 600℃烘 2h,放入干燥器中冷却备用。

A.1.3 钨助熔剂

粒度为 0.4mm~0.8mm,含碳、硫的质量分数分别小于 0.001%、0.0005%。

A.1.4 瓷坩埚

用质量较好的瓷坩埚,使用前在马弗炉中 1200℃灼烧 4h,在炉中随炉冷却过夜,取出于干燥器中冷至室温备用。

A.1.5 氧气

高纯(纯度 99.5%以上)。

A.2 仪器

A.2.1 高频红外碳硫测定仪

灵敏度 0.00001%。

A.3 分析步骤

A.3.1 试样

将预分析的“碳硫分析专用坩埚”用玛瑙研钵碾碎,研磨至 0.15mm 以下,在烘箱中 105℃~110℃烘 2h,取出在干燥器中冷至室温备用。

A.3.2 打底坩埚(二次坩埚)

将 A.1.4 处理过的瓷坩埚,加 1g 纯铁助熔剂(A.1.1),1g 钨助熔剂(A.1.3),置于红外碳硫测定仪的高频感应加热炉内,通氧。用分析程序加热,分析完毕后取下,稍冷放入干燥器内(检查无裂开)冷至室温备用。

A.3.3 仪器校准

称取标准样品 1.000g(C:0.00××%;S:0.000××%或 C:0.000××%;S:0.000××%),置于打底坩埚中,加入 1g 纯铁助熔剂(A.1.1),0.6g 五氧化二钒(A.1.2),将所称取的标准样品的质量值输入仪器质量补偿器,开始分析,重复测定三次,取其平均值进行仪器校准。

A.3.4 测量(坩埚材质的空白)

准确称取试样 1.000g,置于打底坩埚中,再加入 1g 纯铁助熔剂(A.1.1),0.6g 五氧化二钒(A.1.2),将称取的试样的质量值输入仪器质量补偿器,开始分析,分析完毕后,仪器所给出的碳硫值即为坩埚材质的空白值。

A.3.5 测量(坩埚的空白)

取经过前处理的瓷坩埚(或未经过任何预处理的瓷坩埚)放在电子天平上,去除坩埚质量后加入 1g 纯铁助熔剂(A.1.1),0.6g 五氧化二钒(A.1.2),将 1.0000g 的质量值输入仪器质量补偿器,开始分析,分析完毕后,仪器所给出的碳、硫值即为坩埚的空白值。

中华人民共和国黑色冶金

行 业 标 准

碳硫分析专用坩埚

YB/T 4145—2006

\*

冶金工业出版社出版发行

北京北河沿大街嵩祝院北巷 39 号

邮政编码:100009

北京兴华印刷厂印刷

各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 15 千字

2007 年 2 月第一版 2007 年 2 月第一次印刷

\*

统一书号:155024·164 定价:15.00 元