

镍铬及镍铬铁合金化学分析方法 气体容量法测定碳量

JB/T 6326.10—92

1 主题内容与适用范围

本标准规定了镍铬、镍铬铁合金用气体容量测定碳量的方法。

本标准适用于镍铬、镍铬铁合金中碳量的测定。测定范围：0.050%~0.200%。

2 引用标准

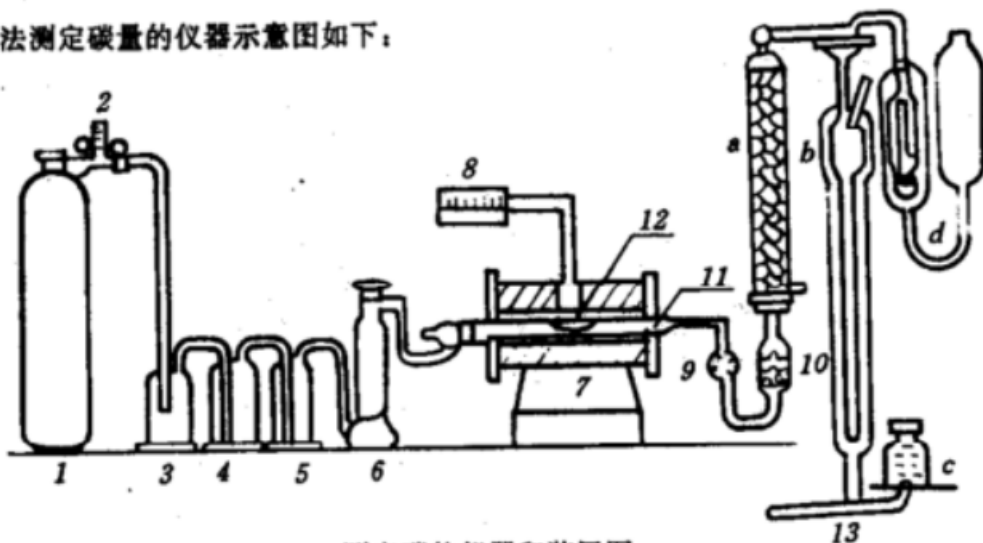
GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定。

3 方法提要

试样置于高温炉中加热并通氧燃烧，使碳氧化成二氧化碳，混合气体经除硫后收集于量气管中。然后以氢氧化钾溶液吸收其中的二氧化碳，吸收前后体积之差即为二氧化碳体积，由此计算碳含量。

4 试剂与仪器

气体容量法测定碳量的仪器示意图如下：



测定碳的仪器和装置图

- 1—氧气瓶 2—氧气表 3—缓冲瓶 4—洗气瓶内盛洗气液 (4.8)，装入量约占瓶高度的三分之一
5—洗气瓶，内盛硫酸 (4.3)，装入量约占瓶高度的三分之一 6—干燥塔，内盛无水氯化钙 (4.4)
7—管式炉 8—温度自动控制器 9—球形管，内装玻璃棉 (4.6)
10—除硫管，内装活性二氧化锰 (2.7) 11—燃烧管 12—瓷舟 (4.14)
13—容量定碳仪 (包括 a. 冷凝管, b. 量气管, c. 水准瓶, d. 吸收器)。

4.1 氢氧化钾。

4.2 高锰酸钾饱和溶液。

4.3 硫酸 (密度 ρ_1 1.84 g/ml)。

- 4.4 无水氯化钙。
- 4.5 碱石棉。
- 4.6 玻璃棉。
- 4.7 活性二氧化锰,粒状。
- 4.8 洗气液:取 30 g 氢氧化钾溶于 70 ml 高锰酸钾饱和溶液中。
- 4.9 氯化钠(250 g/L)。
- 4.10 甲基橙溶液(1 g/L)。
- 4.11 水准瓶内所盛溶液:取 500~900 ml 氯化钠溶液(4.9),加 5~6 滴硫酸(4.3)及数滴甲基橙溶液(4.10)。
- 4.12 氢氧化钾吸收溶液(400 g/L)。
- 4.13 助熔剂:锡粒或锡粒+还原铁粉(1+1)(用前进行空白检定)
- 4.14 瓷舟:长 97 mm,使用前必须在 1200℃ 管式炉中通氧灼烧 2~4 min,也可于 1000℃ 高温炉中灼烧 1 h 以上,冷却后贮于未涂油脂的干燥器中备用。
- 4.15 水银气压计。

5 分析步骤

5.1 试样量

称取试样 1.000 g。

5.2 空白试验

随同试样做空白试验。

5.3 测定

5.3.1 进行分析之前,首先检查仪器的密封性,并用含碳量与分析试样相近的标准样品进行校验。

5.3.2 试样置于瓷舟中铺匀,覆盖约 2 g 助熔剂(4.13),启开橡皮塞,将瓷舟放入瓷管内,用长钩推至高温(1250~1300℃)处,立即塞紧橡皮塞,预热 1~1.5 min 左右,通入氧气燃烧(流速 1.0~1.5 L/min)。旋转活塞使与量气管相通,并保持量气管内液体均匀下降,当气体充满量气管下端水平面标尺刻度零处时,停止通氧,立即关闭活塞,使水准瓶内液面与量气管内液面保持同一水平线。然后将混合气体压入吸收瓶内,反复吸收二次,以保证二氧化碳气体完全吸收,剩余气体返回量气管内,关闭活塞,移动水准瓶,使其液面与量气管内液面处于同一水平面,记下读数和量气管温度,启开橡皮塞,用长钩将瓷舟拉出,即可进行下一个试样分析。

6 分析结果的计算

按下式计算碳的百分含量:

$$C(\%) = \frac{(V_1 - V_2) \cdot f}{m} \times 100$$

式中: V_1 ——燃烧试样的读数;

V_2 ——空白试验的读数;

f ——温度、气压修正系数;

m ——试样量, g。

7 允许差

实验室之间分析结果的偏差值应不大于下表所列允许差。

表 3

%

碳 含 量	允 许 差
0.050~0.100	0.020
>0.100~0.200	0.030

附加说明:

本标准由机械电子工业部上海电器科学研究所提出并归口。

本标准由陕西钢铁研究所、上海合金厂起草。

本标准主要起草人孙绍卿, 李培礼、方联芳。

www.bzxz.net

免费标准下载网