

JB

中华人民共和国机械行业标准

JB/T 6326.9—1992

镍铬及镍铬铁合金化学分析方法 库仑法测定碳量

1992-06-26 发布

1993-01-01 实施

中华人民共和国机械电子工业部 发布

镍铬及镍铬铁合金化学分析方法
库仑法测定碳量

JB/T 6326.9—1992

1 主题内容与适用范围

本标准规定了镍铬及镍铬铁合金用库仑法测定碳量的方法。

本标准适用于镍铬、镍铬铁合金中碳量的测定。测定范围:0.01%~0.20%。

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

试样在氧气流中经高温燃烧将碳氧化生成二氧化碳,以氧气作载气送入给定 pH 值的高氯酸钡溶液中被吸收,此时溶液的 pH 值发生变化。同时用带有恒定电量的脉冲电流对吸收溶液进行电解,使其恢复到原始 pH 值。以计数器记录脉冲数,此脉冲数与碳量成正比,从而计算出试样中碳的含量。

4 试剂与仪器

4.1 高氯酸钡。

4.2 碳酸钡。

4.3 氯化钠。

4.4 锡粒。

4.5 还原铁粉。

4.6 异丙醇。

4.7 硝酸银溶液(50 g/l)。

4.8 吸收液:称取 25 g 高氯酸钡(4.1)溶于 500 ml 水中,加 10 ml 异丙醇(4.2),混匀。

4.9 阳极溶液:称取 100 g 高氯酸钡(4.1)溶解于水,加入 10 g 碳酸钡(4.2),移入 500 ml 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

4.10 参比溶液:称取 5 g 高氯酸钡(4.1)和 3g 氯化钠(4.3),溶解于 100 ml 水中,加入数滴硝酸银溶液(4.7)。加热至 60~70℃,冷却后用上面的澄清溶液。沉淀不必滤去。

4.11 助熔剂:锡粒(4.4)或锡粒(4.4)+还原铁粉(4.6)(1+1)。

4.12 仪器:库仑定碳仪。

5 分析步骤

5.1 试样量

称取试样 0.500 g。

5.2 空白试验

随同试样做空白试验。

5.3 测定

5.3.1 按仪器说明书要求通氧气并调节其流量，接通高频感应炉¹⁾电源预热 30 min，开动计数器电解开关，利用电位计调整吸收液(4.8)pH9.0~9.5，用标准样品验证仪器确实达到正常使用状态。

注：1) 如无定碳用高频感应炉，可用炉温 1250~1300℃的高温管式炉代替。

5.3.2 将试样置于经高温灼烧过的坩埚中，加入约 1 g 助熔剂(4.11)将坩埚送入燃烧管中，按下振荡开关，同时开动测量单元上的测量计数器。试样开始燃烧，二氧化碳被带入吸收池，电位计指针偏转，计数器开始计数，3 min 后电位计指针回到零点，计数停止，分析终止(指示灯亮)，读出计数器上的数值。

6 分析结果的计算

按下式计算碳的百分含量：

$$C(\%) = (A - B) \frac{S}{m} \times 100$$

式中：A——计数器读数；

B——空白试验的读数；

S——仪器的灵敏度($0.5 \times 10^{-4} \text{g}$)；

m——试样量 g。

7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于下表所列允许差。

| 表 | | % |
|--------------|-------|---|
| 碳 含 量 | 允 许 差 | |
| 0.010~0.050 | 0.005 | |
| >0.050~0.100 | 0.010 | |
| >0.100~0.200 | 0.015 | |

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、上海电器科学研究所起草。

本标准主要起草人孙绍卿、安庆丰、刘抗美、黄留庆。