

中华人民共和国机械行业标准

JB/T 6647—93

碳化物中总碳含量的测定 气体容量法

1993-05-07 发布

1994-01-01 实施

中华人民共和国机械工业部 发 布

碳化物中总碳含量的测定
气体容量法

JB/T 6647-93

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用气体容量法测定碳化物总碳含量的方法。

本标准测定碳化物总碳含量范围为 5.0%~21.0%。

2 引用标准

GB 223.1 钢铁及合金中碳量的测定

3 方法提要

试样置于高温炉中加热并通氧燃烧,使碳和氧化合成二氧化碳,所得二氧化碳与氧的混合气体收集于量气管中,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 仪器与试剂

4.1 仪器

4.1.1 仪器装置见图 1,定碳仪应装置在室温下使用,并避免高温和阳光直接照射。

4.1.2 仪器及附件说明

4.1.2.1 氧气(纯度 $\geq 99.0\%$)。

4.1.2.2 气体表应附有流量计及缓冲阀。

4.1.2.3 洗气瓶(内装浓硫酸)。

4.1.2.4 干燥塔:上层装无水氯化钙,下层装碱石灰或碱石棉,中间隔以玻璃棉,底部和顶端也铺以玻璃棉。

4.1.2.5 管式电炉:工作温度需达 $1300\pm 10^{\circ}\text{C}$,并附有铂铑热电偶和温度控制器。

4.1.2.6 量气管:下端容积约 100 mL 左右,中部刻度每小格为 0.2 mL,上部容积为 700 mL。

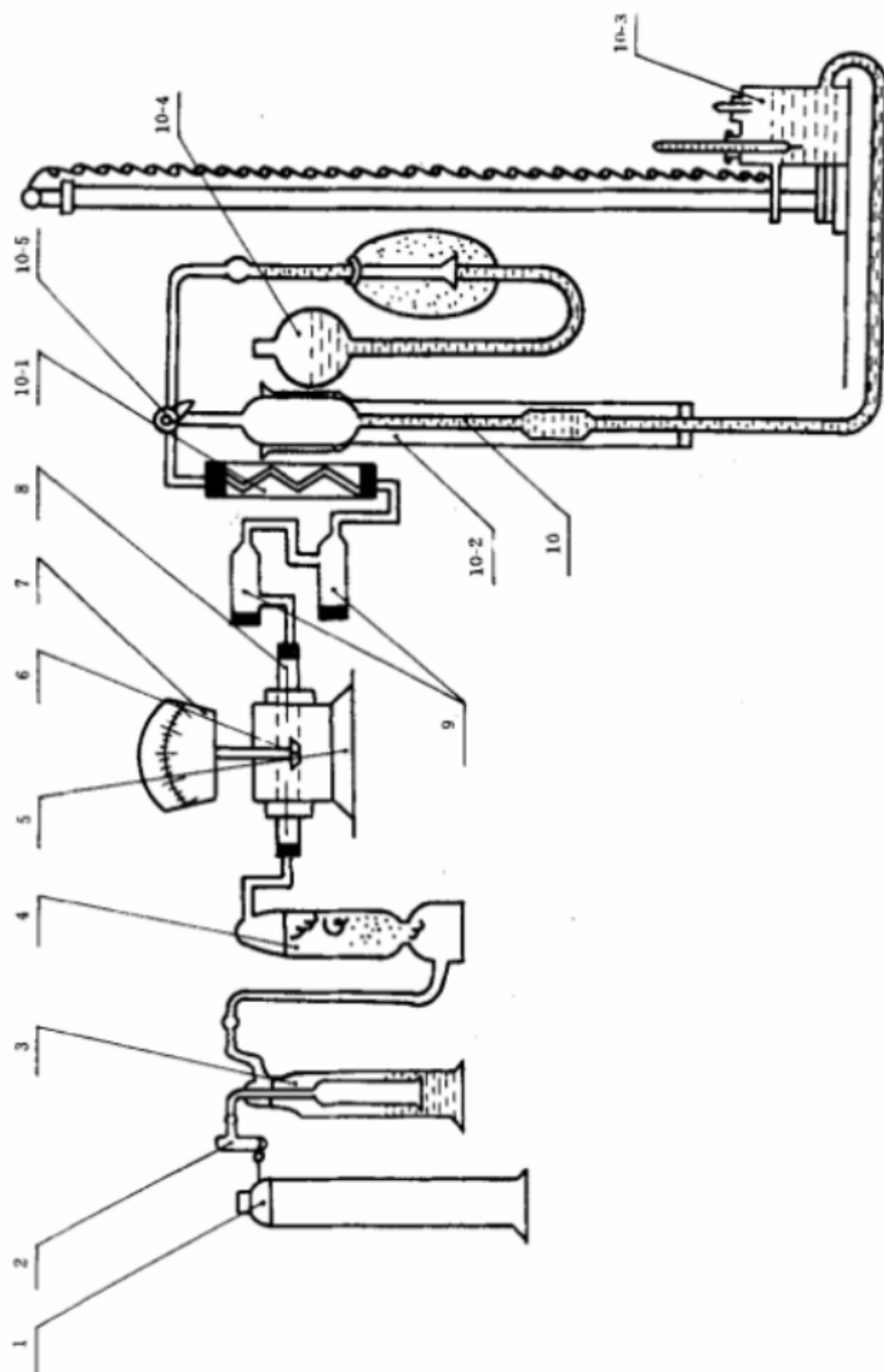
4.1.2.7 水准瓶:内装 6:1000 硫酸溶液(1000 mL 蒸馏水+6 mL 硫酸)加数滴 0.1% 甲基橙溶液,使呈红色。

4.1.2.8 吸收器:内盛 40% 氢氧化钾溶液(1200 mL 蒸馏水+800 g KOH),一般测定 100 只左右试样后更换溶液(根据所测样品的含碳量,再具体定更换溶液时间)。

4.1.2.9 瓷管:长 600 mm,内径 17~20 mm,使用时先检查是否漏气,然后分段灼烧,瓷管两端露出炉外部分长度不小于 175 mm,以便燃烧时管端仍是冷却的。

4.1.2.10 瓷舟(规格 77 mm 或 88 mm):使用前须在 $800\sim 900^{\circ}\text{C}$ 的马弗炉中灼烧 3~4 h,随炉冷却,冷却后贮存在未涂油脂的干燥器中备用。

4.1.2.11 长钩:用直径 3~4 mm 的低碳镍铬丝制成,用以推拉瓷舟。



1—氧气瓶；2—流量计；3—洗气瓶；4—干燥塔；5—管式炉（炉温 1400℃）；6—舟皿；7—温度控制器；

8. 宽管(600×17×21); 9. 滤生器(内装脱脂棉); 10. 容量测定仪(包括:

10-1 冷却管, 10-2 量气管, 10-3 水准瓶, 10-4 吸收器, 10-5 三通活塞)

气体容量法测定仪装置图

4.1.2.12 大气压力计:测大气压力,如采用水银气压计时,气压值按下式校正:

$$p = p_1(1 - 0.000163t - 0.0026\cos 2\varphi - 0.000002H) \dots\dots\dots (1)$$

式中: p ——校正后的气压值,MPa;

p_1 ——水银气压计测得的气压值,MPa;

t ——水银气压计所在处温度,℃;

φ ——水银气压计所在处纬度,度;

H ——水银气压计所在处海拔高度,m。

4.1.2.13 水银温度计:分度值为 0.1℃。

4.1.2.14 天平:感量为 0.0002 g 的分析天平。

4.2 试剂

4.2.1 CaCO_3 基准试剂(作仪器校正用,使用前,应在 105~110℃ 下烘干 2 h)。

4.2.2 H_2SO_4 :密度 1.84 g/mL。

4.2.3 40%KOH 吸收液。

4.2.4 无水氯化钙。

4.2.5 碱石棉或碱石灰。

4.2.6 助熔剂(锡粒,纯铁屑或纯铁粉,含碳量一般不超过 0.005%,使用前应作空白值检查,并从分析结果减去)。

4.2.7 0.1% 甲基橙溶液。

5 分析步骤

5.1 根据试样种类,将炉温升至表 1 中所规定的温度,并检查管路及活塞是否漏气,装置是否正常。

5.2 按样品含碳量称取碳量在 55~65 mg 之间的试样两份(随室温变化,称量有所增减),称量读数应精确至小数点后第四位。须加助熔剂的样品,在瓷舟内先置纯铁 1.000 g,然后将样品均铺其上,上面再均匀铺一层锡粒。

表 1 不同试样的燃烧温度

试 样	燃烧温度 ℃	备 注
WC	1150~1200	
TiC	1150~1200	
TaC	1200~1250	
WC+ Cr_3C_2	1150~1200	
WC+TaC	1200~1250	加 1.000 g 纯铁和少量锡粒
WC+TiC+TaC	1200~1250	加 1.000 g 纯铁和少量锡粒

5.3 先将水准瓶上举,使溶液充满量气管,迅速将瓷舟放入瓷管内推至高温处,立即塞紧橡皮塞,放下水准瓶,使液面以 300~500 mL/min 速度下降,按不同试料通入不同流量的氧气,当液面下降到接近标尺零点时(须稳定 30 s),转动三通活塞,使量气管与吸收器相通,即用长钩钩出瓷舟。提升水准瓶进行吸收(吸收三次),然后调节到吸收器零点时,读取量气管内液面的刻度即 V 值。转动三通活塞,使量气管与大气相通(或与炉管相通都可),将剩余气体排出,即可进行下次试验。

5.4 在正式测试前,按 5.3 条先做两份废料试样,再做 1~2 次只通氧气不加试样的调零点试验(吸收器及水准瓶内溶液的温度以及混合气体的温度,三者应基本相同,否则将产生正负空白值)。然后测试两份经 105~110℃ 烘干 2 h,并贮存于干燥器中的 CaCO_3 基准试剂(预热 0.5 min)。最后才测试正式样品。

5.5 计算

5.5.1 碳的百分含量按式(2)计算:

$$C = \frac{AVf}{G} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中：C——碳的百分含量，%；

A——温度 16℃，气压 1013mPa，封闭液面上每毫升 CO₂ 中碳重量(g)，用酸性水作封闭液时，A 值为 0.0005000 g；

V——吸收前与吸收后气体的体积差，即 CO₂ 体积；

f——温度气压修正系数(参见 GB 223.1，用内插法求得)；

G——样品重量，g。

6 试验结果

6.1 测定基准试剂 CaCO₃(碳含量为 12.00%)时，称样品量为 0.5000 g，每批试验做两份试剂，其误差不超过 ±0.04%，结果取二次试验平均值。如超过误差应重新试验。

6.2 允许差

二个测定结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2

含碳量 %	允许差 %
<7.00	0.03
7.00~11.00	0.04
>11.00	0.06

7 试验报告

试验报告应包括如下内容：

- 本行业标准编号；
- 试样名称和牌号(或编号)及其他必要的细节说明；
- 标准物质名称；
- 助熔剂名称；
- 试验日期，测试人。

附加说明：

本标准由北京市粉末冶金所提出并归口。

本标准由机械工业部上海材料研究所负责起草。

本标准主要起草人钱根华。

www.bzxz.net

免费标准下载网