

## 前 言

本标准是根据我国核级碳化硼粉末生产和使用情况,以及多年来积累的分析经验,在大量试验的基础上编制而成。本标准采用了气体容量法定碳仪测定碳含量。

本标准遵守:

GB/T 1.4—1988 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB/T 1467—1978 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

本标准由国家有色金属工业标准计量质量研究所提出。

本标准主要由中南工业大学粉末冶金研究所负责起草。

本标准主要起草人:奉冬文、刘若鸣、肖彩林、廖寄乔。

# 中华人民共和国有色金属行业标准

## 核级碳化硼粉末化学分析方法

### 总碳量的测定

YS/T 423.2--2000

Methods for chemical analysis of  
nuclear-grade boron carbide powder—  
Determination of total carbon content

#### 1 范围

本标准规定了核级碳化硼粉末中总碳量的分析方法。

本标准适用于核级碳化硼粉末中总碳量的测定。测定范围：5%~30%。

#### 2 方法原理

试料在高温下通氧与助熔剂一起燃烧，碳被氧化生成二氧化碳，并被氧气载入量气瓶中，以氢氧化钾吸收，吸收前后体积之差即为二氧化碳的体积，再根据温度、大气压力计算出碳的含量。

#### 3 试剂和材料

3.1 氧气：纯度大于 99.0%。

3.2 流量计：0~1.5 L/min。

3.3 干燥塔：上层装碱石棉，下层装无水氯化钙，中间放玻璃棉，顶部和底部铺一层玻璃棉。

3.4 管式电炉：附有铂/铑热电偶和温度控制器。

3.5 水准瓶：内装硫酸溶液（于 1 000 mL 蒸馏水中加 1 mL 浓硫酸，加数滴 1 g/L 的甲基橙溶液，使之呈红色）。

3.6 吸收器：内装 400 g/L 氢氧化钾水溶液。

3.7 瓷管：使用前先检查是否漏气。

3.8 瓷舟：使用前须在 800~900℃ 的马弗炉中灼烧 3~4 h，冷却后存于干燥器内备用。

3.9 气压表：测量大气压力。

3.10 碳酸钙：基准试剂。

3.11 助熔剂：氧化铜粉，使用前在 1 000℃ 马弗炉中灼烧 1~2 h。

#### 4 仪器

气体容量法定碳仪：可测体积 0~30 mL，101 型定碳仪。

#### 5 试料

样品粒度应不大于 0.074 mm。

## 6 分析步骤

### 6.1 试料

称取 0.05 g 试料,精确至 0.000 1 g。

独立地进行 3 次测定,取其平均值。

### 6.2 空白试验

在相同条件下,做空白试剂试验。

### 6.3 测定

6.3.1 装好仪器,将炉温升至 1 200℃。

6.3.2 塞紧进气塞使系统封闭,检查系统是否漏气。

6.3.3 用碳酸钙(3.10)检查仪器工作是否正常,并使仪器处于正常工作状态。

6.3.4 将试料(6.1)置于瓷舟(3.8)中,覆盖约 6 g 助熔剂(3.11)。

6.3.5 用长钩将装有试样的瓷舟推入瓷管的高温处,立即塞紧塞子,转动四通活塞使燃烧气体与量气管相通,以 500 mL/min 的气流量通氧燃烧,将水准瓶置于起始位置,待量气管内的液面下降至近零位时,快速转动活塞使燃烧气体与量气管的通路断绝,关闭氧气,启开塞子,取出燃烧舟。

6.3.6 检查封闭液零位是否正确,如在原位,则可提高水准瓶使量气管中气体被压至吸收器中吸收,待量气管充满封闭液后,放下水准瓶,至吸收液面超过下面连接吸收管的磨口时,再提高水准瓶进行吸收,如此重复吸收 3 次,然后提起水准瓶使水准瓶的液面与量气管中的液面在同一水平线上,读取量气管的刻度值,即二氧化碳的体积。

## 7 分析结果的表述

按式(1)计算总碳百分含量:

$$C(\%) = \frac{0.000\ 5 \times V \cdot T}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:  $V$ ——吸收前后气体体积差,即二氧化碳体积(减去空白值),mL;

$T$ ——温度、压力校正系数;

$m_0$ ——试料的质量,g;

0.000 5——在标准状态下,以稀硫酸作封闭液时,1 mL 二氧化碳中碳的质量,g/mL。

所得结果表示至二位小数。

## 8 允许差

实验室间的分析结果差值应不大于表 1 所列允许差。

表 1.

%

碳 含 量	允 许 差
5.00~20.00	0.19
>20.00~30.00	0.24