

中华人民共和国国家标准

硬质合金化学分析方法
重量法测定总碳量

UDC 669.018.25
: 543.21 : 546
.26
GB 5124.1—85

Methods for chemical analysis of hardmetals
The gravimetric method for the determination
of total carbon content

本标准适用于钨、钛、铌、钽、铬、钼、钒、锆、铪的碳化物，这些碳化物与粘结金属的混合粉（无润滑剂和粘结剂）以及由这些碳化物生产的所有牌号的预烧结或烧结过的硬质合金中总碳量的测定。测定范围4.00%以上。

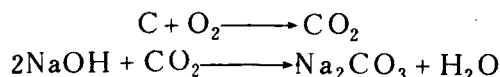
本标准遵守GB 1467—78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

本标准等效采用国际标准ISO 3907—1977《硬质合金—总碳量的测定—重量法》。

1 方法提要

在高温纯氧气流中，将碳氧化为二氧化碳，如有必要加助熔剂。

生成的二氧化碳由氧气载带到已恒量的吸收瓶中被烧碱石棉吸收，测定烧碱石棉的增量，即为生成的二氧化碳量。



2 试剂

- 2.1 氧气：纯度大于99%。
- 2.2 高氯酸镁，无水。
- 2.3 助熔剂，例如金属锡、金属铜或氧化铜、金属铁等。
- 2.4 烧碱石棉：10~20目，二氧化碳吸收能力不低于30%，尽可能避免与空气接触。
- 2.5 铂石棉。

3 仪器

- 3.1 由氧气源、氧气净化装置、管式电炉、干燥装置和二氧化碳吸收装置组成的仪器。仪器各装置用连接管按顺序联结在一起，整个系统应不漏气。仪器示意图见图1。

采用说明：国际标准为无润滑剂。

国家标准局1985-04-24发布

1986-02-01实施

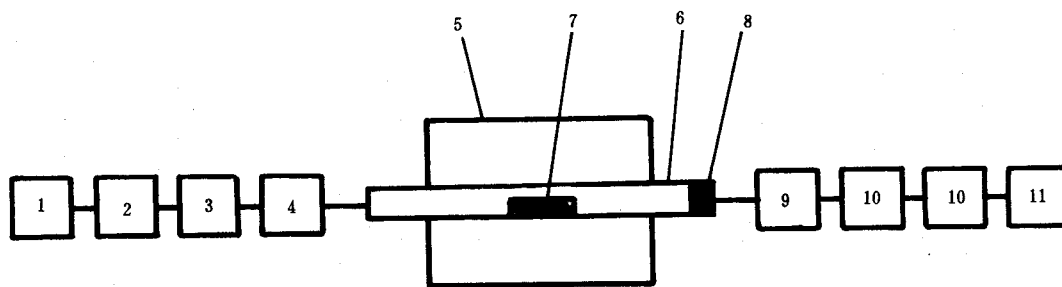


图 1

1—氧气源；2—流量计；3—管式电炉；4—干燥和净化氧气装置；5—电炉；6—燃烧管；7—舟皿；8—石棉毛塞；9—干燥瓶；10、11—吸收瓶

3.1.1 氧气(2.1)源：带压力调节阀。

3.1.2 流量计。

3.1.3 管式电炉：带有无细孔燃烧瓷管，内填充铂石棉，炉温保持625℃。

3.1.4 干燥和净化氧气装置：内装高氯酸镁(2.2)和烧碱石棉(2.4)，中间以玻璃毛或石英纤维隔开。

3.1.5 电炉：带合适的温度控制装置，炉温可达1350℃。

3.1.6 燃烧管：无孔难熔材料制成，内径为18~30mm，长度至少为650mm，以使操作过程中燃烧管末端温度不致高于60℃。

3.1.7 舟皿：难熔材料制成，应预先在试验温度下，于氧气流中处理10min，或在800~1000℃下灼烧1h。舟皿应有合适的尺寸，例如长80~100mm，宽12~14mm，深8~9mm。经处理过的舟皿应保存在干燥器中，干燥器的磨口表面和盖不应涂润滑脂。

3.1.8 石棉毛塞：石英纤维或灼烧过。

3.1.9 干燥瓶：内装高氯酸镁(2.2)。

3.1.10 吸收瓶：内装烧碱石棉(2.4)和少量高氯酸镁(2.2)，吸收瓶式样见图2。

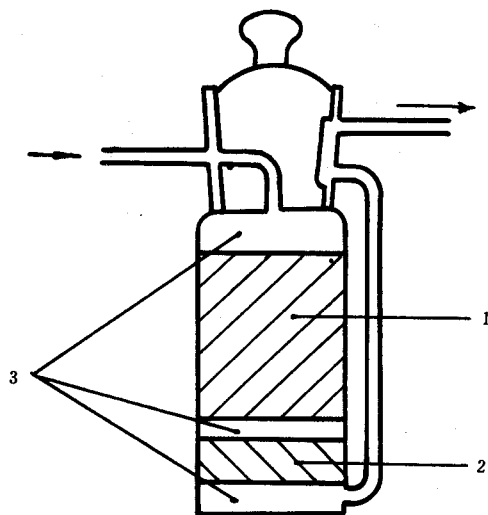


图 2

1—烧碱石棉(2.4)；2—高氯酸镁(2.2)；

3—石英纤维或玻璃毛

3.1.11 吸收瓶：反向与10连接。

3.1.12 钩子：用含碳量小于0.05%的耐热金属丝制成，其直径约3 mm，长约500~600 mm。

4 试样

在不会改变样品成分的研钵中，将试验室样研碎成粉末，并通过0.18 mm筛孔。

5 分析步骤

5.1 安全措施

在使用高氯酸镁(2.2)时，为防止可能发生的爆炸，应避免该试剂与有机物接触，在丢弃它的时候更应特别注意。

5.2 测定数量

分析时应称取二份或三份试样进行测定。

5.3 试样量

称取约含0.03 g碳的试样，并精确至0.0001 g。

5.4 空白试验

每个测定值均需随同试样做空白。

5.5 测定

5.5.1 根据试样性质调整燃烧区温度在1200~1350℃，检查仪器气密性及氧气的净化效果。根据燃烧管的直径以300~500 ml/min的速度通氧10~15 min，取下吸收瓶(10)，冷至室温后称量，精确至0.0001 g，并接回原处。

5.5.2 根据试样性质，必要时在舟皿中的试样(5.3)上均匀覆盖0.2~1.0 g助熔剂。

5.5.3 打开氧气入口端的燃烧管口，用钩子(3.2)将装有试样(5.3)的舟皿推至燃烧管高温区中部，迅速塞好塞子以300~500 ml/min流速通入氧气，持续通氧10~20 min以氧化试样并完全赶出燃烧管和干燥瓶中的二氧化碳。

5.5.4 关上吸收瓶(10)的活塞，立即从仪器上取下，冷至室温后，打开，并很快地关闭活塞以使压力平衡，然后称量，精确至0.0001 g。建议目视检查舟皿中熔块，以验证燃烧是完全的。吸收瓶的增量就是所吸收的二氧化碳量(m_2)。

6 分析结果的计算

按下式计算碳的百分含量：

$$C(\%) = 0.2729 \times \frac{(m_2 - m_1)}{m_0} \times 100$$

式中： m_1 ——空白试验测得的二氧化碳量，g；

m_2 ——燃烧试样测得的二氧化碳量，g；

m_0 ——试样量，g；

0.2729——二氧化碳换算为碳的换算因数。

7 允许差

二个或三个独立测定结果的极差值应不大于下表所列允许差：

总 碳 量	二个独立测定结果的允许差	三个独立测定结果的允许差
4.00~10.00	0.05	0.06
>10.00	0.07	0.08

以合格测定值的算术平均值为最终结果。

附加说明:

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由株洲硬质合金厂负责起草。

本标准主要起草人蓝兴吉、王吉申。