

中华人民共和国国家标准

锰铁及高炉锰铁化学分析方法

重量法测定碳量

UDC 669.15¹74
:543.062

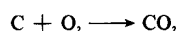
GB 7730.7—88

Methods for chemical analysis of ferromanganese
and blast furnace ferromanganese
The gravimetric method for the determination
of carbon content

本标准适用于锰铁及高炉锰铁中碳量的测定。测定范围:4.00%~8.00%。
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》。

1 方法提要

试样于氧气流中在 1 200~1 350 ℃ 燃烧,碳被氧化成二氧化碳。由氧气载入吸收瓶中被碱石棉吸收,测量碱石棉之增量,即为生成的二氧化碳量,再换算为碳量。



2 试剂

- 2.1 氧气:纯度大于 99.5%。
- 2.2 高氯酸镁:无水、粒状。
- 2.3 助熔剂:锡粒(0.4~0.8 mm)、铜丝、氧化铜、铁粉、五氧化二钒等,助熔剂中含碳量应小于 0.002%。
- 2.4 二氧化锰:活性、粒状。
- 2.5 碱石棉。
- 2.6 铬酸饱和的硫酸溶液:于硫酸(ρ 1:84 g/mL)中加重铬酸钾或铬酸酐至饱和,使用其上部澄清溶液。

3 仪器及设备

- 3.1 重量法定碳装置见图 1。
 - 3.1.1 氧气瓶(1):带有压力调节阀。
 - 3.1.2 转化炉(3):附有内装铂石棉的燃烧管,炉温保持在 625 ℃。
 - 3.1.3 干燥和净化氧气的 U 形管(4):内装高氯酸镁(2.2)和碱石棉(2.5),中间隔以玻璃纤维。该 U 形管直径不小于 25 mm,高度不低于 100 mm。
 - 3.1.4 管式燃烧炉(5):可调节电流以保证燃烧试样时所需温度。
 - 3.1.5 高温燃烧管(7): $\phi \times L$, mm; 23~24×600。

中华人民共和国冶金工业部 1988-02-02 批准

1989-03-01 实施

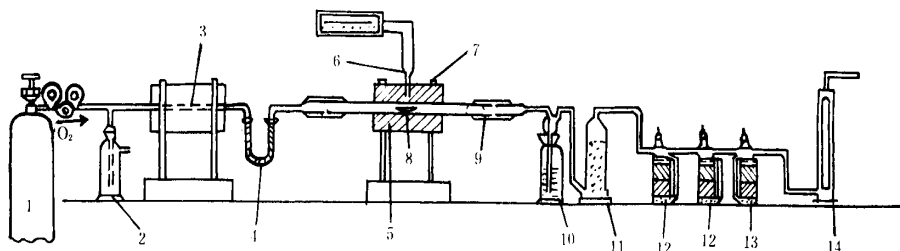


图 1 重量法定碳装置

1—氧气瓶；2—汞阀；3—转化炉；4—干燥和净化氧气的 U 形管；5—管式燃烧炉；
6—高温控制器；7—高温燃烧管；8—瓷舟；9—石棉纤维；10—除硫瓶；11—干燥
塔；12—吸收瓶；13—吸收瓶(反方向与 12 连接)；14—微型转子流量计

3.1.6 瓷舟(8)：长 88 mm 或 97 mm，应预先于 1 200 ℃ 管式燃烧炉中通氧灼烧至无碳，也可于 1 000 ℃ 高温炉中灼烧 4 h 以上，冷却后贮于盛有碱石棉(或碱石灰)和无水氯化钙的未涂油脂的干燥器中。

3.1.7 石棉纤维(9)：灼烧至无碳。

3.1.8 除硫瓶(10)：内装二氧化锰(2.4)。

3.1.9 干燥塔(11)：内盛高氯酸镁(2.2)。

3.1.10 吸收瓶(12)：用于吸收二氧化碳。底部均匀地铺以玻璃纤维，再依次铺以 10~15 mm 厚的高氯酸镁(2.2)、30~50 mm 厚的碱石棉(2.5)，顶部覆盖玻璃纤维。在与测定试样相同的条件下通氧至恒量。待用的吸收瓶的质量应小于 100 g(见图 2)。

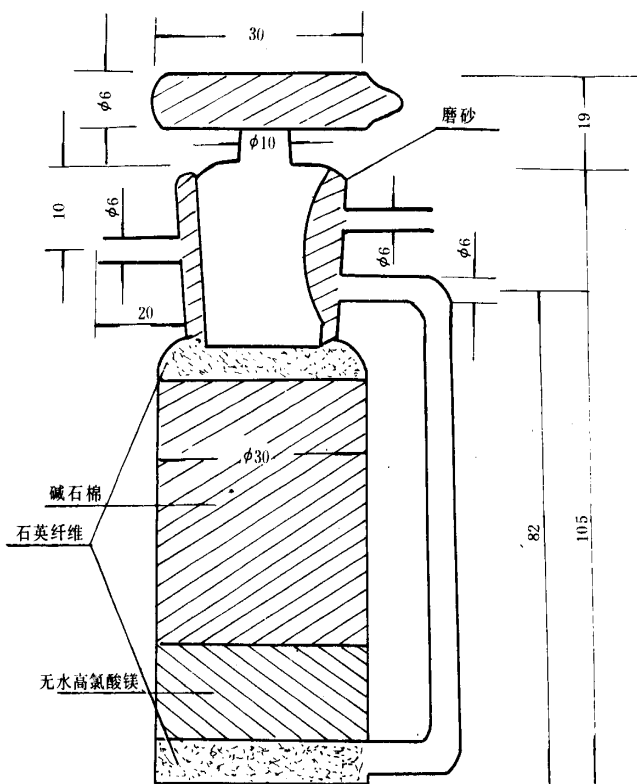


图 2

4 试样

- 4.1 锰铁试样应全部通过 0.149 mm 筛孔。
4.2 高炉锰铁试样应全部通过 0.125 mm 筛孔。

5 分析步骤

5.1 试样量

按表 1 称取试样和助熔剂。

表 1

碳量 %	试样量 g	助熔剂(任选其一)量,g			
		锡粒	铜或氧化铜	五氧化二钒	五氧化二钒+铁粉 (1+1)
4.000~7.000	0.400 0				
>7.000~8.000	0.300 0	0.5	0.5~1.0	0.5~1.0	0.5~1.0

5.2 空白试验

随同试样做空白试验。

5.3 分析前的准备

连接好重量法定碳装置,将炉温升至 1 200~1 350 ℃,检查仪器气密性和氧气净化效果,以 300~500 mL/min 的速度通入氧气,15~20 min 后拆下吸收瓶(12),并在室温下称量,放回原处。

5.4 测定

将试样(5.1)置于瓷舟(8)中,按表 1 覆盖助熔剂,将瓷舟推入高温燃烧管温度最高处,立即塞紧氧气入口端,约 1 min 后以 300~500 mL/min 的速度通入氧气,约 1 min 后,当燃烧结束时,继续通氧 15~20 min,以使二氧化碳从高温燃烧管、除硫瓶和干燥塔中完全排除。

切断氧气流,关闭已称量的吸收瓶(12)并取出瓷舟,检查熔块,确认燃烧完全后,拆下已关闭的吸收瓶,于室温下称量,吸收瓶的增量即为所吸收的二氧化碳。

6 计算

按下式计算碳的百分含量:

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

式中: m_1 ——空白试验测得二氧化碳的质量,g;

m_2 ——燃烧试样测得二氧化碳的质量,g;

m ——试样量,g;

0.2729——二氧化碳换算为碳的系数。

7 允许差

实验室间分析结果的差值应小于表 2 所列允许差。

GB 7730.7—88

表 2		%
碳 量	允许差	
4.00~8.00	0.06	

附加说明:

本标准由新余钢铁厂起草。

本标准主要起草人吴太白、王珏。

自本标准实施之日起,原冶金工业部部标准 YB 80—65《锰铁及高炉锰铁化学分析方法》作废。

本标准水平等级标记 GB 7730.7—88 Y