

中华人民共和国国家标准

钨铁化学分析方法 库仑法测定碳量

UDC 669.15'27
:543.062

GB 7731.11—88

Methods for chemical analysis of ferrotungsten
The coulometric method for the
determination of carbon content

本标准适用于钨铁中碳量的测定。测定范围:0.025%~0.400%。

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

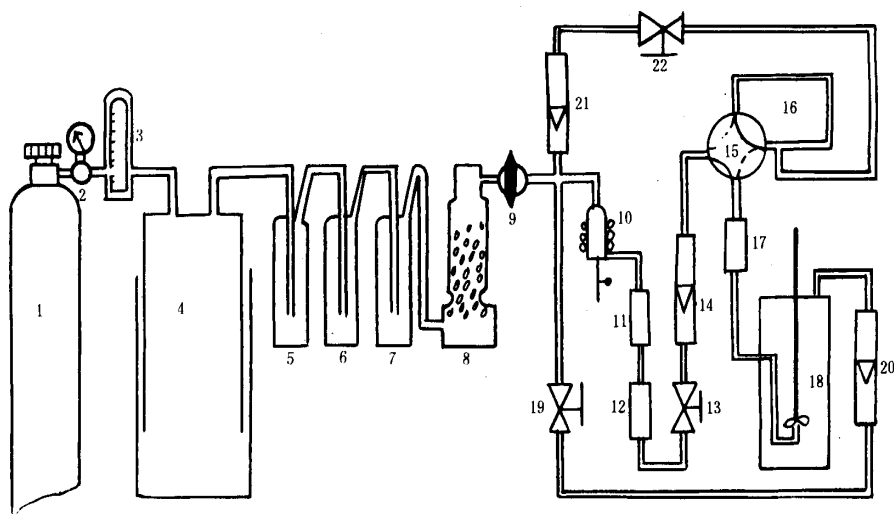
试样于氧气流中在高频感应加热炉内燃烧,生成的二氧化碳被已知 pH 值的高氯酸钡溶液吸收,生成的高氯酸使溶液的 pH 值改变,通以一定电量的脉冲电流进行电解,使溶液的 pH 值恢复到原值,根据电解消耗的脉冲电量数,计算试样中含碳量。

2 试剂

- 2.1 碳酸钡:粉状。
- 2.2 脱脂棉。
- 2.3 玻璃棉。
- 2.4 氧气:纯度大于 99.5%。
- 2.5 纯铁:碳量小于 0.002%。
- 2.6 钨粒:碳量小于 0.002%,粒度 0.8~1.4 mm。
- 2.7 锡粒:碳量小于 0.002%,粒度 0.4~0.8 mm。
- 2.8 重铬酸钾饱和的硫酸(ρ 1.84 g/mL)溶液,使用其澄清溶液。
- 2.9 阴极杯溶液:称取 50 g 结晶高氯酸钡溶解于 1 000 mL 水中,加入 20 mL 异丙醇,混匀。
- 2.10 阳极杯溶液:称取 50 g 结晶高氯酸钡溶解于 250 mL 水中,混匀。
- 2.11 参考电极溶液:称取 5 g 结晶高氯酸钡和 3 g 氯化钠溶解于 100 mL 水中,待完全溶解后,加入数滴 5%硝酸银溶液,加热至 60~70 °C,冷却后用上部澄清溶液。

3 仪器

- 3.1 库仑定碳仪(见定碳仪气路装置图)。



定碳仪气路装置图

1—氧气瓶；2—减压阀；3—流量计；4—储氧桶；5—洗气瓶；6—洗气瓶；7—洗气瓶；8—干燥塔；9—活塞；10—高频感应加热炉；11—除尘管；12—除硫管；15—四通阀；16—分流泵；17—电磁阀；18—吸收杯；13、19、22—针形阀；14、20、21—流量计

3.1.1 洗气瓶(5):内盛硫酸(ρ 1.84 g/mL)。

3.1.2 洗气瓶(6):内盛 40% 氢氧化钾溶液。

3.1.3 洗气瓶(7):内盛重铬酸钾饱和的硫酸溶液(2.8)。

3.1.4 干燥塔(8):内装氢氧化钠。

3.1.5 除尘管(11):内装脱脂棉(2.2)和玻璃棉(2.3)。

3.2 高频感应加热炉:输出功率不小于 2 kW。

3.3 电源稳压器:3 kW。

3.4 氧气瓶:装有带流量计的减压阀。

3.5 素质坩埚: $\phi \times h$, mm: 25×25, 在高于 1 200 °C 的高温炉中灼烧 4 h 或通氧灼烧至空白值为最低。

4 试样

试样应全部通过 0.088 mm 筛孔。

5 分析步骤

5.1 试样量

称取 0.500 0 g 试样。

5.2 空白试验

随同试样做空白试验数次,取其平均值作为空白值。其空白值以 0.500 0 g 试样计算应不大于 0.005%。

5.3 分析前准备

5.3.1 阴极杯中加入 90~100 mL 阴极杯溶液(2.9)。

5.3.2 阳极杯中先加入粉状碳酸钡(2.1)至半满,然后倒入阳极杯溶液(2.10)用玻璃棒搅拌,静置后沉淀物高度应超过半透膜。铂电极应全部浸在沉淀物上面的溶液中。

5.3.3 参考电极杯中加入参考电极溶液(2.11),并应超过半透膜高度。

5.3.4 检查气路, 确认不漏气后, 按仪器规定的操作进行多次“终点定位”, 选定吸收液的 pH 值为 9.5 左右。

5.3.5 用与分析试样含碳量相近的标准试样按分析步骤 5.4 进行测定, 确定“电量补偿”位置。

5.4 测定

5.4.1 将试样(5.1)置于素质坩埚(3.5)中, 覆盖 1.5 g 钨粒(2.6)、0.3 g 纯铁(2.5)和 0.3~0.5 g 锡粒(2.7)。

5.4.2 待仪器正常后, 控制氧气的流速为 200~300 mL/min, 接入“电解”、“自复”开关, 关闭通往吸收杯活塞, 放下炉管密封栓托, 将坩埚置于高频感应加热炉内支承座上, 推上炉管栓托密封, 打开通往吸收杯活塞, 将炉内的空气置换出去, 待空白值稳定到最低值, 按下高频感应炉高压开关(开始计时), 试样开始燃烧, 二氧化碳逐渐被吸收液吸收并进行电解, 放回“自复”开关, 当高频感应炉板极电流上升到高峰持续 1 min 后, 切断高压开关。从开始计时起至二氧化碳全部被吸收液吸收约为 4~6 min 后, 读取脉冲计数, 按下“自复”开关, 关闭通往吸收杯活塞, 放下炉管密封栓托, 取出素质坩埚。

6 分析结果的计算

按下式计算碳的百分含量:

$$C(\%) = \frac{0.5 \times 10^{-6}(A - A_0)}{m} \times 100$$

式中: A —— 试样的脉冲计数;

A_0 —— 空白值的脉冲计数;

m —— 试样量, g;

0.5×10^{-6} —— 每一个脉冲计数相当碳的质量, 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。

碳 量	允许差
0.025~0.070	0.006
>0.070~0.120	0.008
>0.120~0.400	0.012

附加说明:

本标准由吉林铁合金厂起草。

本标准主要起草人刘松山。

自本标准实施之日起, 原冶金工业部部标准 YB 583—65《钨铁化学分析方法》作废。