

中华人民共和国国家标准

镍基合金粉化学分析方法 脉冲加热惰性气熔融 库仑滴定法测定氧量

UDC 669.245-492.2
1543.062

GB 8638.13—88

Nickel base alloy powder— Determination of oxygen content
— Pulse heating inert gas fusion coulometric titrimetric method

本标准适用于镍基合金粉末中氧量的测定。测定范围:0.01%~0.20%。

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

试样用金属箔包裹,投入处在氩气流中由低压交流电直接加热的石墨坩埚内,于2500℃左右熔融。试样中氧呈一氧化碳析出,经氧化铜转化为二氧化碳,被pH值为9.5左右的高氯酸钡溶液吸收,使溶液的pH值降低,同时用电解生成的碱使溶液的pH值恢复至原给定值。根据电解所耗电量的脉冲计数计算氧量。

2 试剂与材料

2.1 氩气,纯度大于99.99%。

2.2 氧化铜,线状。

2.3 碳酸钡。

2.4 高氯酸溶液(1+19)。

2.5 阴极池(主杯)溶液:称取100g高氯酸钡 $[\text{Ba}(\text{ClO}_4)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$ 溶于2000mL水中,加入60mL异丙醇,混匀。贮于磨口瓶内备用。

2.6 阳极池(副杯)溶液:称取100g高氯酸钡 $[\text{Ba}(\text{ClO}_4)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$ 溶于500mL水中,混匀。贮于磨口瓶内备用。

2.7 参考电极池(小杯)溶液:称取5g高氯酸钡 $[\text{Ba}(\text{ClO}_4)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$ 和3g氯化钠,溶于100mL水中,待完全溶解后滴加数滴硝酸银溶液(5%),加热至60~70℃,冷却,混匀。贮于磨口瓶内备用。

2.8 高氯酸镁或五氧化二磷。

2.9 四氯化碳。

2.10 丙酮。

2.11 金属箔:镍箔或铁镍箔,氧量低于0.02%,厚度 ≤ 0.05 mm。

2.12 碱石棉。

2.13 玻璃棉。

2.14 石墨坩埚,用高纯、致密、细晶粒、高温下有足够强度的石墨加工而成。其形状与尺寸见图1。

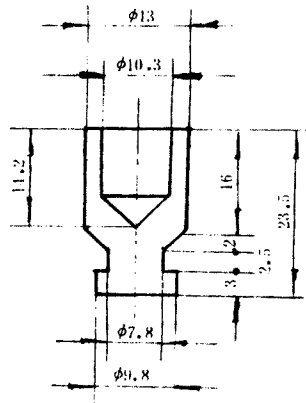


图 1 石墨坩埚

允许使用能使氧完全析出的其他形状、尺寸的坩埚,加热条件另选。

3 仪器

脉冲加热库仑定氧仪应达到下述技术指标:

- a. 测量上限不低于 500 μg ;
- b. 灵敏度:0.5 μg ;
- c. 加热温度高于 3 000 $^{\circ}\text{C}$;
- d. 空白试验值小于 5 μg ;
- e. 精密性:±2%或 2 ppm(取其中大值)。

脉冲加热库仑定氧仪气路系统见图 2

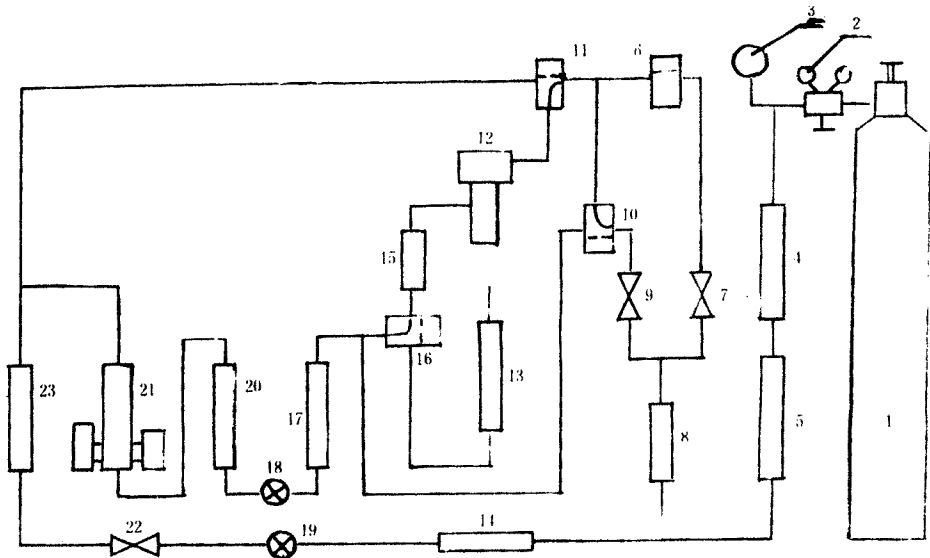


图 2 脉冲加热库仑定氧仪气路系统

1—氧气瓶;2—减压阀;3—压力表;4—氧化铜净化炉;5—碱石棉净化器;6、10、16—电磁阀;7、9、22—针形阀;
8—高氯酸镁或五氧化二磷干燥器;11—pH 电磁阀;12—脉冲炉;13—脱气气流流量计;14—缓冲容量;15—除
尘器;17—氧化铜转化炉;18、19—截止阀;20—分析气流流量计;21—吸收池;23—氩屏气流流量计

4 试样

贮存试样时应避免试样氧化和沾污。称取试样前应充分混匀。

5 分析步骤

5.1 测定次数

平行测定两次,取其平均值。

5.2 试样量

$O \leq 0.02\%$ 称取 0.500 ~ 1.000 g 试样。

$O > 0.02\%$ 称取 0.200 ~ 0.700 g 试样。

5.3 试样

5.3.1 包裹试样用的金属箔(2.11)在使用前应用绸布沾四氯化碳(2.9)擦洗,剪成大小相等,尺寸适当的小块,用四氯化碳(2.9)、丙酮(2.10)依次洗涤、风干、称重。

5.3.2 试样用处理过的金属箔(5.3.1)包裹,包裹试样应用干净的器具操作,在移入坩埚内的过程中不应泄漏。

5.3.3 按 5.3.1 款清洗过的金属箔和包好的试样应用干净的镊子夹取,不得用手触摸或接触不干净的器具。

5.4 仪器的准备

5.4.1 检查仪器的净化、转化、除尘、吸收用的各种试剂或材料并及时更新或添加。

5.4.2 打开气路阀门,调整分析气流流速为 100 ~ 150 mL/min、氩屏气流流速为 100 ~ 200 mL/min。

5.4.3 检查并接通电源,使净化炉、转化炉升温至 580℃,开动库仑分析仪。

5.5 校正试验

5.5.1 用恒电流源装置校正库仑滴定电解脉冲的电量。

5.5.2 必要时用标准物质检验。

5.6 空白试验

按试样(5.3)测定条件进行空白试验数次,取其平均值作为空白值。

进行一定数量的试样分析之后或分析加热条件改变之后应检查或重新确定空白值。

5.7 金属箔氧量测定

按试样(5.3)测定条件进行金属箔氧量测定数次,按式(1)计算金属箔的氧量:

$$Q = \frac{1}{n} \left(\frac{C_1 - B}{m_1} + \dots + \frac{C_n - B}{m_n} \right) \times 0.5 \times 10^{-6} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: Q —— 金属箔的氧量;

B —— 空白试验所得的计数值;

C_i —— 第 i 块金属箔氧量测定计数值;

m_i —— 第 i 块金属箔的质量;

n —— 测定次数。

5.8 测定

5.8.1 将阴极池(主杯)溶液(2.7)终点 pH 值校正至 9.5 左右。

5.8.2 给脉冲炉通冷却水。

5.8.3 用专用铜刷清扫进样通道与脉冲炉炉膛,在炉内装入新坩埚,将包好的试样(5.3.2)装入加样器。

5.8.4 按下述条件进行坩埚脱气:

a. 脱气加热电流 950 ~ 1 000 A;

b. 脱气气流流速不低于 1 000 mL/min;

c. 脱气时间 40~60 s。

5.8.5 使仪器转入分析状态,将加样器中的试样(5.8.3)加入石墨坩埚内,使库仑计数复零。

5.8.6 试样分析加热取先低温后高温方式,分两段进行。

低温段:加热电流 400~500 A(约 1 300℃);加热时间 5~10 s。

高温段:加热电流 850~950 A(约 2 500℃);加热时间 15~25 s。

在连续分析中,分析加热条件应保持相对稳定。

5.8.7 读取分析计数值,从分析开始到读取计数值所间隔的时间在同一批试样分析中应保持恒定。空白试验时也应取相同的时间间隔。

5.8.8 连续分析时,继续按 5.8.3~5.8.7 款进行。

5.8.9 临时中断分析时应及时关闭脉冲炉冷却水。继续分析时,按 5.8.2~5.8.7 款进行。

6 分析结果的计算

按式(2)计算氧的百分含量:

$$O(\%) = \frac{(A - B - C) \times 0.5 \times 10^{-6}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: A——分析试样时所得的计数值;
B——空白试验所得的计数值;
C——计算出的包裹试样用的金属箔的计数值;
m——试样量,g;

0.5×10^{-6} ——一个计数值相当的氧量,g。

包裹试料用的金属箔的计数值,按式(3)计算:

$$C = \frac{Q \cdot m_1}{0.5 \times 10^{-6}} \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中: Q——金属箔的氧量;
 m_1 ——用于包裹试样的金属箔的质量,g;
 0.5×10^{-6} ——一个计数相当的氧量,g。

7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 1 所列允许差。

表 1

%

含氧量	允许差
0.01~0.050	0.004
>0.050~0.100	0.006
>0.100~0.200	0.009

附加说明:

本标准由冶金工业部钢铁研究总院负责起草。

本标准由冶金工业部钢铁研究总院起草。

本标准主要起草人杜学强、曹洪禄。