

中华人民共和国国家标准

# 硼铁化学分析方法

## 气体容量法测定碳量

UDC 669.15'781  
:543.241  
:546.27  
GB 3653.2-83

Methods for chemical analysis of ferroboron  
The gasometric method for the  
determination of carbon content

本标准适用于硼铁中碳量的测定。测定范围：0.05~3.00%。

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

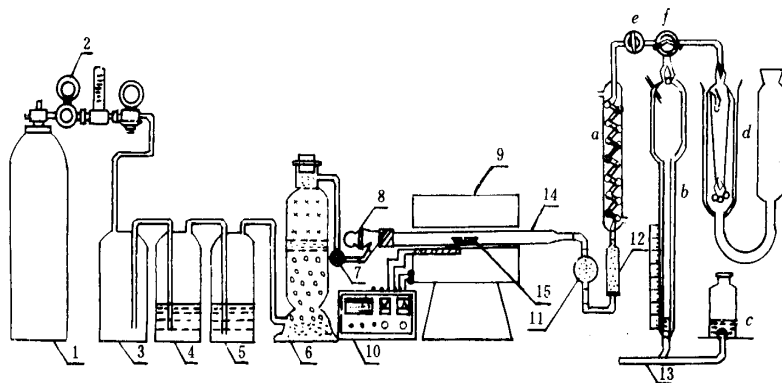
试样置于高温炉中加热并通氧燃烧，使碳氧化成二氧化碳，混合气体经除硫后收集于量气管中，然后以氢氧化钾溶液吸收其中的二氧化碳，吸收前后体积之差即为二氧化碳的体积，由此计算含碳量。

### 2 试剂与材料

- 2.1 纯钕粒（20~40目）。
- 2.2 纯铁（20~40目）。
- 2.3 钨粉（160目）。
- 2.4 无水氯化钙（固体）。
- 2.5 颗粒活性二氧化锰。
- 2.6 颗粒钒酸银：称取11.7 g 钒酸铵溶于400ml热水中，另取17 g 硝酸银溶于200ml水中，二者于70~80℃混合，将生成的黄色沉淀过滤，以水洗净，于110℃烘干。
- 2.7 硫酸（比重1.84）。
- 2.8 酸性氯化钠溶液：饱和氯化钠溶液加5~6滴硫酸（2.7），加数滴甲基红。
- 2.9 氢氧化钾-高锰酸钾溶液：称取30 g 氢氧化钾溶于70ml饱和高锰酸钾溶液中。
- 2.10 氢氧化钾溶液（40%）。
- 2.11 烧碱石棉（20~40目）。
- 2.12 玻璃棉。
- 2.13 脱脂棉。
- 2.14 氧气（99.5%）。

### 3 仪器

- 3.1 气体容量法定碳装置见图：



气体容量法定碳装置

- 1—氧气瓶；2—氧气表；3—缓冲瓶；4、5—洗气瓶；6—干燥塔；7—供氧活塞；  
8—玻璃磨口塞；9—管式炉；10—温度自动控制器（或调压器）；11—球形干燥管；  
12—除硫管；13—容量定碳仪（包括：蛇形冷凝管 *a*、量气管 *b*、水准瓶 *c*、吸收器 *d*、  
小活塞 *e*、三通活塞 *f*）；14—瓷管；15—瓷舟

氧气表：附有流量计及缓冲阀。

洗气瓶（4）：内盛氢氧化钾-高锰酸钾溶液（2.9），其高度约为瓶高的三分之一。

洗气瓶（5）：内盛硫酸（2.7），其高度约为瓶高的三分之一。

干燥塔：上层装烧碱石棉（2.11），下层装无水氯化钙（2.4），中间隔以玻璃棉（2.12），底部及顶端也铺以玻璃棉（2.12）。

管式炉：使用温度最高可达1350℃；常用温度1300℃。炉温与高温计指示温度之差必须校正。附有热电偶、高温计、调压器。

球形干燥管：内装干燥脱脂棉（2.13）。

除硫管：直径10~15mm，长100mm玻璃管，内装4g颗粒活性二氧化锰（2.5）[或钒酸银（2.6）] 两端塞有脱脂棉（2.13），除硫剂失效应重新更换。

容量定碳仪：（连接顺序见图）

蛇形冷凝管 *a*：套管内装冷却水，用以冷却混合气体。

量气管 *b*：用以测量气体体积。总容积约350ml左右，刻度部分为30ml，分度值为0.1ml，但此刻度是在温度16℃，气压760mmHg下刻制成的。夹层间充满水，以减少外界对管内气体温度的影响。管口上部配有空心浮标一个，以防管内液体冲出管外。管的膨胀部插有温度计，用以测量温度，分度值为1℃。

水准瓶 *c*：内盛酸性氯化钠溶液（2.8）用乳胶管与量气管（*b*）相连接，装入量在通大气情况下，瓶、管内两液面应与标尺零点对齐。

吸收器 *d*：内盛氢氧化钾溶液（2.10）。

小活塞 *e*：它可以通过 *f* 使 *a* 和 *b* 接通，也可分别使 *a* 或 *b* 通大气。

三通活塞 *f*：它可以使 *a* 与 *b* 接通，也可使 *b* 与 *d* 接通。

注：① 定碳仪须放置于室温比较正常的地方，距炉300mm以外，并避免阳光直接照射。

② 量气管须保持清洁，有水滴附着内壁时，用重铬酸钾洗液洗净。

瓷管： $\phi 20 \times 24 \times 600$  mm，用前通氧灼烧。

瓷舟：长97mm，根据使用温度灼烧1h以上，冷却后贮于干燥器中备用。

3.2 长钩：用低碳铬镍丝制成，用以推拉瓷舟。

## GB 3653. 2—83

3.3 水银气压计：必须放置在定碳室内并与定碳装置在同一水平高度。1 mbar = 0.7500 mmHg。

## 4 分析步骤

## 4.1 试样量

按表 1 称取试样和助熔剂。

表 1

含碳量 %	称样量 g	助熔剂加入量, g			氧气流速 ml/min
		纯铁	纯钨粒	钨粉	
<0.30	2.0000		1.2	1.0	200
>0.30~1.00	1.0000		1.2	1.0	200
>1.00~2.00	0.5000	0.5	0.5		350
>2.00~3.00	0.2500	0.5	0.5		350

## 4.2 空白试验

接通电源，将炉温升至1150~1200℃，检查整个管路及活塞是否漏气，装置是否正常。当更换试剂时必须燃烧几次高碳试样使二氧化碳饱和。通氧做仪器空白试验直到空白值为零，再于瓷舟中根据称样量表 1 加入助熔剂测定其空白值（亦可用其它方法分别鉴定各种助熔剂的空白值），然后从结果中扣除，但其含碳量应小于0.005%。燃烧标准样品校正仪器及操作，最后使仪器处于下述准备状态：小活塞（e）通大气，量气管（b）充满溶液，三通活塞（f）和供氧活塞（7）关闭，水准瓶（c）置于标尺的零点位置。

## 4.3 测定

启开玻璃磨口塞（8）将平铺有试样和覆盖助熔剂的瓷舟放入瓷管内，用长钩推到高温处，立即塞紧磨口塞，预热 2 min，转动小活塞（e），接通冷凝管（a）和三通活塞（f），转动三通活塞（f），接通量气管（b），慢慢启开供氧活塞（7），按一定流量送入氧气（见表 1），将混合气体经除硫管和冷凝器导入量气管，当液面下降到刻度管 1/3 处，迅速转动小活塞（e）使量气管（b）与大气相通，关闭三通活塞（f），放置 1 min。

缓缓提起水准瓶（c）上下移动后，使水准瓶（c）和量气管（b）内两液面在同一水平线上读取标尺格数  $V_1$ 。

转动三通活塞（f）使量气管（b）与吸收器（d）相通，提升水准瓶（c）将混合气体全部压入吸收器（d）后，再返回到量气管（b）内，重复操作一次，封闭量气管（b），放置 1 min 后，缓缓升降水准瓶（c）使与量气管（b）内两液面在同一水平线上读取标尺格数  $V_2$ 。

转动三通活塞（f）使量气管（b）与大气相通，提起水准瓶（c）将剩余气体排出，关闭三通活塞（f）和供氧活塞（7），水准瓶（c）放回原位，启开磨口塞，用长钩（3.2）将瓷舟拉出，确定试样是否完全燃烧后，即可进行下次测定。

## 5 分析结果的计算

按下式计算碳的百分含量：

$$C (\%) = \frac{A (V_2 - V_1) f}{m} \times 100$$

式中：A——温度 16℃，气压 1013 mbar，封闭液液面上每毫升二氧化碳中含碳质量 g。用酸性水作封闭液时  $A = 0.0005000$  g，用酸性氯化钠作封闭液时  $A = 0.0005022$  g；

$V_1$ ——吸收前标尺读数，ml；

## GB 3653. 2—83

$V_2$ ——吸收后标尺读数, ml;

$f$ ——温度、气压补正系数, 不同封闭液其值不同需查不同表 (见GB 223.1—81《钢铁及合金化学分析方法碳量的测定》的附录);

$m$ ——试样量, g。

## 6 允许差

表 2

%

碳 量	允 许 差
0.050 ~ 0.080	0.010
>0.080 ~ 0.150	0.015
>0.150 ~ 0.250	0.020
>0.250 ~ 0.500	0.030
>0.500 ~ 1.000	0.040
>1.000 ~ 2.000	0.060
>2.000 ~ 3.000	0.080

## 附加说明:

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由辽阳铁合金厂负责起草。

本标准由长城钢厂四分厂起草。

本标准主要起草人艾应豹。