

前　　言

本标准是根据中华人民共和国国家标准 GB/T 1.1—1993 标准化工作导则 第1单元:标准的起草与表述规则 第1部分:标准编写的基本规定和 GB 1.4—88 标准化工作导则 化学分析方法编写规定,对 GB 223.74—91 钢铁及合金化学分析方法 燃烧重量法或燃烧气体容量法测定非化合碳含量进行修订。

根据 GB/T 1.1—1993 第4章 4.2.3、4.3.3 以及 GB 1.4—88 第6章 6.10 的规定,这次修订中,增加了“前言”、第2章“引用标准”、第6章“取制样”。

本标准从生效之日起,同时代替 GB 223.74—91。

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由全国钢标准化技术委员会技术归口。

本标准由冶金工业部钢铁研究总院、鞍山钢铁公司、上海冶金设备总厂起草;

本标准主要起草人:王玉兴,金胜辉,刘广志,崔秋红;

本标准 1981 年以 GB 223.1(三)—81 首次发布,1991 年以 GB 223.74—91 进行了修订并确定了方法精密度。

中华人民共和国国家标准

钢铁及合金化学分析方法 非化合碳含量的测定

GB/T 223.74—1997

代替 GB 223.74—91

Methods for chemical analysis of iron, steel and alloy
The combustion gravimetric/gas-volumetric method for
the determination of combined carbon content

1 范围

本标准规定了用管式炉内燃烧后重量法或管式炉内燃烧后气体容量法测定非化合碳含量。

本标准适用于铁和碳钢中 0.030% (m/m) ~ 5.00% (m/m) 非化合碳含量的测定。

2 引用标准

下列标准包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨、使用下列标准最新版本的可能性。

GB 222—84 钢的化学分析用试样 取样法及成品化学成分允许偏差

GB/T 223.71—1997 钢铁及合金化学分析方法 管式炉内燃烧后重量法测定碳含量

GB/T 223.69—1997 钢铁及合金化学分析方法 管式炉内燃烧后气体容量法测定碳含量

3 方法提要

试料经稀硝酸溶解后,过滤出非化合碳。分别用稀碱溶液、稀盐酸溶液和水洗涤非化合碳,烘干。根据试料中非化合碳的含量,选择管式炉内燃烧后重量法或管式炉内燃烧后气体容量法进行测定。

4 试剂和材料

4.1 酸洗石棉 于 1 000℃ 高温通氧处理后隔绝空气贮存。

4.2 氢氟酸 ($\rho 1.15 \text{ g/mL}$)。

4.3 硝酸 (1+1)。以硝酸 ($\rho 1.42 \text{ g/mL}$) 稀释。

4.4 盐酸 (5+95)。以盐酸 ($\rho 1.18 \text{ g/mL}$) 稀释。

4.5 氢氧化钠溶液 50 g/L。

4.6 硝酸银溶液 10 g/L。

称 1 g 硝酸银溶于 100 mL 以硝酸 ($\rho 1.42 \text{ g/mL}$) 稀释的稀硝酸 (1+100) 中。

5 仪器与设备

5.1 古氏坩埚 20 mL。

5.2 瓷舟 长 97 mm。使用前需在 1 000℃ 的高温炉中灼烧 1 h 以上,冷却后贮于盛有碱石棉或碱石灰及无水氯化钙的不涂油脂的干燥器中备用。

6 取制样

按照 GB 222 或适当的铁的国家标准取制样。

7 分析步骤

安全须知:对燃烧分析来说,危险主要来自预先灼烧瓷舟和熔融时的烧伤。分析中无论何时取用瓷舟都必须使用镊子并用适宜的容器盛放。操作盛氧钢瓶必须有正规的预防措施,由于狭窄空间中存在高浓度氧有引发火灾的危险,必须将燃烧过程中的氧有效地从设备中排出。

氢氟酸能严重地烧伤人体,使用时应戴医用手套,用后必须立即以流水洗手。

7.1 试料量

7.1.1 按表 1 规定称取试料量。

表 1 试料量

非化合碳含量, % (m/m)	试料量, g
0.030~0.050	7.0±0.1, 准确至 10 mg
>0.050~0.20	4.0±0.1, 准确至 5 mg
>0.20~0.50	2.00±0.01, 准确至 1 mg
>0.50~1.00	1.00±0.01, 准确至 1 mg
>1.00~3.00	0.30±0.01, 准确至 0.1 mg
>3.00~5.00	0.20±0.01, 准确至 0.1 mg

7.1.2 铁试样的制取:将钻取的试样 100 g, 经 0.280 mm 及 0.154 mm 筛筛分(筛分时必须盖严, 避免石墨损失)为粗、中、细三部分, 然后按三部分所占的质量比例, 各称取相应比例的试样混合为该试样的试料。

7.2 空白试验

与试料的测定平行、并按同样的操作做空白试验, 各种试剂及其用量与测定试料的试剂及其用量完全一样。

7.3 测定

7.3.1 将试料(7.1)置于 250 mL 烧杯中, 加入硝酸(4.3) [7.0 g 试料加 80 mL, 4.0 g 试料加 60 mL, 2.00 g 试料加 40 mL, 1.00 g 试料加 30 mL, 0.30 g 和 0.20 g 试料加 20 mL]。对于片状或块状试料, 硝酸(4.3)的加入量可再多加入前述用量的 50%], 立即盖上表面皿。如溶解近反应激烈, 则将烧杯置于冷水浴中, 溶解近完毕时(对粒度较大的试料, 应常用平头玻璃棒将粒状物碾碎), 用水冲洗并移去表面皿, 加入 1 mL~2 mL 氢氟酸(4.2), 加热溶解后煮沸 5 min, 加入 100 mL 热水, 再煮沸 10 min。

7.3.2 趁热用已铺好酸洗石棉(4.1)的古氏坩埚(5.1)减压抽滤, 先将上层的澄清液倾注于石棉滤层上, 再将烧杯中的非化合碳用热水以倾洗法洗涤 5 次~6 次, 最后将所有的非化合碳用水全部移至石棉滤层上, 停止抽气。加入 10 mL 氢氧化钠溶液(4.5), 保持 4 min~5 min 后再抽滤。用盐酸(4.4)洗 5 次~6 次, 然后用热水洗涤非化合碳及石棉层至无氯离子为止[可收集 2 mL 滤液于试管中, 加入 1 滴硝酸银溶液(4.6)检查]。

7.3.3 取下古氏坩埚, 将石棉层及非化合碳全部移至瓷舟(5.2)内(附着于坩埚壁上的非化合碳, 可用小块石棉以玻璃棒或镊子将其擦下并转入瓷舟内)。将瓷舟置于 120℃~140℃ 烘箱中干燥 30 min~45 min, 取出。根据非化合碳的含量, 按照 GB/T 223.69 的 7.1~7.4、7.6.2~7.6.3 和 8~10 进行(但 7.1 的燃烧温度应控制在 1 000℃), 或者按照 GB/T 223.71 的 7.1(但燃烧温度应控制在 1 000℃)、7.2(但不要加助熔剂)、7.3.1、7.3.4~7.3.5 和 8~10 进行。