



中华人民共和国国家标准

GB/T 5686.5—2008

代替GB/T 5686.5~5686.6—1988、GB/T 7730.5—2000、
GB/T 7730.6~7730.7—1988、GB/T 8654.8—1988

锰铁、锰硅合金、氮化锰铁和金属锰 碳含量的测定 红外线吸收法、 气体容量法、重量法和库仑法

Ferromanganese, ferromanganese-silicon, nitrogen-bearing
ferromanganese and manganese metal—Determination of carbon
content—The infrared absorption method, the gasometric method,
the gravimetric and the coulometric method

2008-05-13 发布

2008-11-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布



中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
锰铁、锰硅合金、氮化锰铁和金属锰
碳含量的测定 红外线吸收法、
气体容量法、重量法和库仑法
GB/T 5686.5—2008

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 25 千字
2008年8月第一版 2008年8月第一次印刷

*

书号: 155066·1-32322 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533

前 言

本部分是对 GB/T 5686.5—1988《锰硅合金化学分析方法 红外线吸收法测定碳量》、GB/T 5686.6—1988《锰硅合金化学分析方法 气体容量法测定碳量》、GB/T 7730.5—2000《锰铁及高炉锰铁化学分析方法 红外线吸收法测定碳量》、GB/T 7730.6—1988《锰铁及高炉锰铁化学分析方法 气体容量法测定碳量》、GB/T 7730.7—1988《锰铁及高炉锰铁化学分析方法 重量法测定碳量》、GB/T 8654.8—1988《金属锰化学分析方法 红外线吸收法测定碳量》的整合修订。

本部分代替 GB/T 5686.5—1988、GB/T 5686.6—1988、GB/T 7730.5—2000、GB/T 7730.6—1988、GB/T 7730.7—1988、GB/T 8654.8—1988。

本部分与 GB/T 5686.5—1988 和 GB/T 7730.5—2000 及 GB/T 8654.8—1988 比较,其主要变化如下:

- 方法适用范围规定为锰硅合金、锰铁、氮化锰铁和金属锰;
- 锰硅合金中助熔剂纯铁的量由 0.800 g 调整为 0.400 g;
- 锰铁、氮化锰铁和金属锰的助熔剂统一为 0.300 g 锡+1.800 g 钨。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由冶金工业信息标准研究院归口。

本部分起草单位:四川川投峨眉铁合金(集团)有限责任公司。

本部分主要起草人:唐华应、方艳、张梅玉。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 5686.5—1988;
- GB/T 5686.6—1988;
- GB/T 7730.5—2000;
- GB/T 7730.6—1988;
- GB/T 7730.7—1988;
- GB/T 8654.8—1988。

锰铁、锰硅合金、氮化锰铁和金属锰 碳含量的测定 红外线吸收法、 气体容量法、重量法和库仑法

警告:使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本部分规定了红外线吸收法、气体容量法、重量法和库仑法测定锰硅合金、锰铁、高炉锰铁、氮化锰铁、金属锰和电解金属锰的碳含量。

本部分适用于锰硅合金、锰铁、高炉锰铁、氮化锰铁、金属锰和电解金属锰中碳含量的测定。其中红外线吸收法适用于锰硅合金、锰铁(含高炉锰铁)、氮化锰铁、金属锰和电解金属锰中 0.01%~10.00% 的碳含量(质量分数)的测定;气体容量法适用于锰硅合金、锰铁(含高炉锰铁)中 0.40%~5.00% 的碳含量(质量分数)的测定;重量法适用于锰铁(含高炉锰铁)中 4.00%~8.00% 的碳含量(质量分数)的测定;库仑法适用于金属锰及电解金属锰中 0.010%~0.400% 的碳含量(质量分数)的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过在本部分中的引用而成为本部分的条款。凡是注有日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 4010 铁合金化学分析用试样的采取和制备

3 方法一:红外线吸收法

3.1 原理

试样于高频感应炉的氧气流中加热燃烧,生成的二氧化碳由氧气载至红外线分析器的测量室,二氧化碳吸收某特定波长的红外能,其吸收能与其浓度成正比,根据检测器接受能量的变化可测得碳量。

3.2 试剂和材料

- 3.2.1 丙酮,蒸发后的残余物碳的质量分数小于 0.000 5%。
- 3.2.2 高氯酸镁,无水,粒状。
- 3.2.3 烧碱石棉,粒状。
- 3.2.4 玻璃棉。
- 3.2.5 钨粒,碳的质量分数小于 0.002%,粒度 0.8 mm~1.4 mm。
- 3.2.6 锡粒,碳的质量分数小于 0.002%,粒度 0.4 mm~0.8 mm。必要时应用丙酮(3.2.1)清洗表面,并在室温下干燥。
- 3.2.7 纯铁,碳的质量分数小于 0.002%,粒度 0.8 mm~1.68 mm。
- 3.2.8 氧气,纯度大于 99.95%,其他级别氧气若能获得低而一致的空白时,也可以使用。
- 3.2.9 动力气源,氮气或压缩空气,其杂质(水和油)含量小于 0.5%。
- 3.2.10 坩埚,直径×高:23 mm×23 mm 或 25 mm×25 mm,并在高于 1 200℃ 的高温加热炉中灼烧 4 h 或通氧灼烧至空白值为最低。
- 3.2.11 坩埚钳。

3.3 仪器和设备

- 3.3.1 红外线吸收定碳仪(灵敏度为 1×10^{-6}),其装置如图 1。

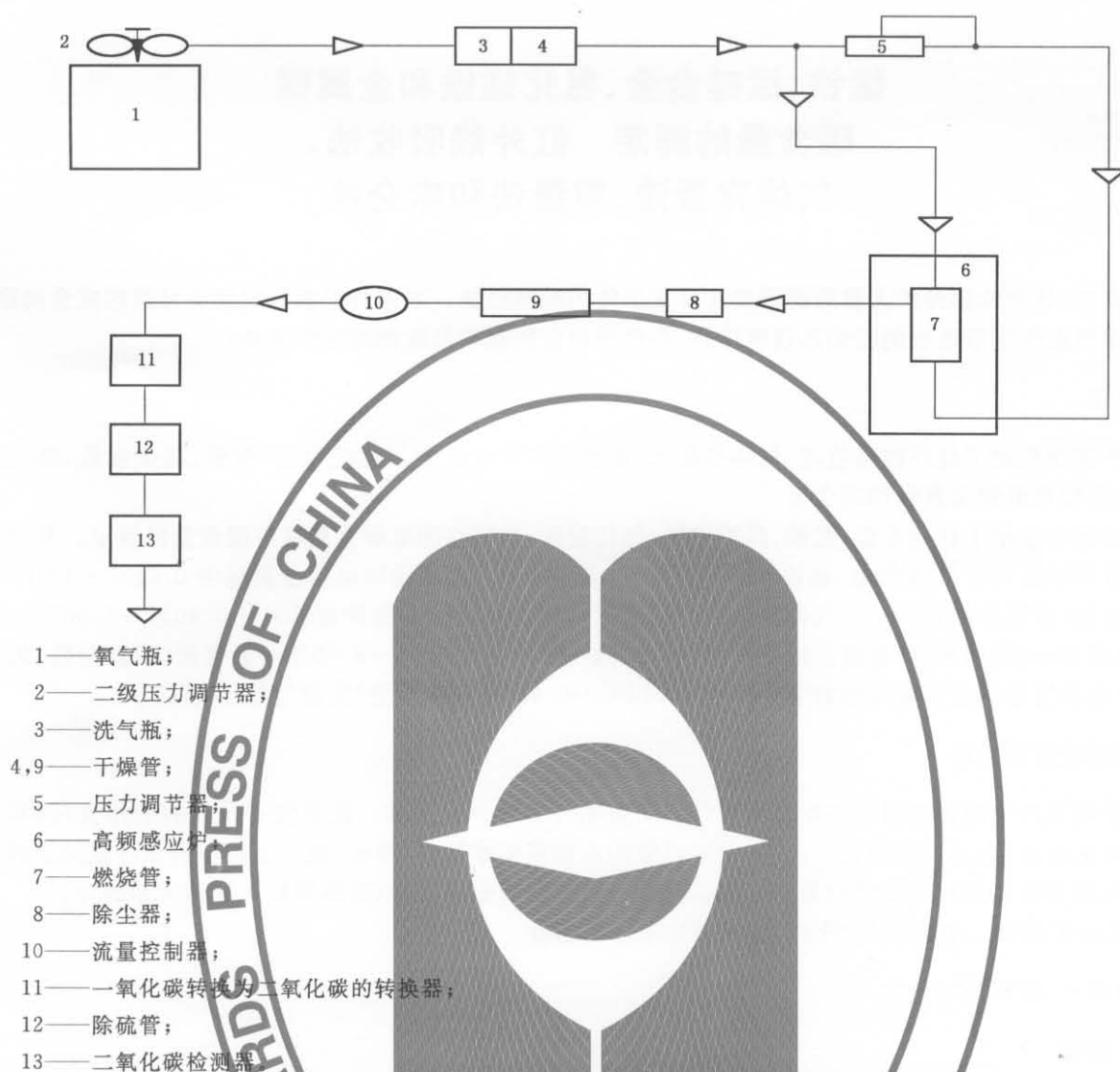


图 1

3.3.1.1 洗气瓶,内装碱石棉(3.2.3)。

3.3.1.2 干燥管,内装高氯酸镁(3.2.2)。

3.3.2 气源

3.3.2.1 载气系统包括氧气容器、两级压力调节器及保证供给合适压力和额定流量的时序控制部分。

3.3.2.2 动力气源系统包括动力气(3.2.9)、两级压力调节器及保证供给合适压力和额定流量的时序控制部分。

3.3.3 高频感应炉

应满足试样熔融温度的要求。

3.3.4 控制系统

3.3.4.1 微处理机系统包括控制中央处理机、存储器、键盘输入设备、信息中心显示屏及分析结果打印机等。

3.3.4.2 控制功能包括自动装卸坩埚和炉台升降、自动清扫、分析条件选择设置、分析过程的监控和报警中断、分析数据的采集、计算、校正及处理等。

3.3.5 测量系统

主要由微处理机控制的电子天平(感量不大于 0.001 g)、红外线分析器及电子测量元件组成。

3.4 取制样

按照 GB/T 4010 的规定进行取制样。锰硅合金试样应通过 0.125 mm 筛孔, 锰铁、氮化锰铁、电解金属锰试样应通过 0.149 mm 筛孔, 金属锰试样应通过 0.177 mm 筛孔。

3.5 分析步骤

3.5.1 试料量

按表 1 称取试料, 准确至 0.001 g。

表 1

红外线吸收法碳的质量分数/%	试料量/g
锰硅合金(0.025%~4.00%)	0.20
锰铁、氮化锰铁(0.025%~3.00%)	0.50
锰铁(3.00~10.00%)	0.20
金属锰(0.010%~0.400%)	0.80

3.5.2 空白试验

称取 0.400 g 纯铁(3.2.7)[锰铁、氮化锰铁和金属锰不称]置于预先盛有 0.300 g 锡粒(3.2.6)的坩埚(3.2.10)内, 覆盖 1.500 g 钨粒(3.2.5)[锰铁、氮化锰铁和金属锰覆盖 1.800 g 钨粒(3.2.5)], 按 3.5.5 进行测定。重复足够次数, 记录最小的、比较稳定一致的三次读数, 计算平均值并输入到仪器中, 在测定试样时仪器会自动扣除空白值。

3.5.3 分析准备

调试检查仪器, 使仪器处于正常稳定状态, 并选用最佳分析条件。

3.5.4 校正试验

根据待测试样的含碳量, 选相应的量程及通道, 并选三个同类型有证标准样品(待测试样含碳量应落在所选三个有证标准样品含碳量的范围内)依次进行校正, 确认系统的线性。校正后测定的有证标准样品的结果波动均应在允许差范围内。

3.5.5 测定

3.5.5.1 锰硅合金适用: 称取适量(表 1)试料置于预先盛有 0.300 g 锡粒(3.2.6)的坩埚(3.2.10)内, 依次均匀覆盖 0.400 g 纯铁(3.2.7)和 1.500 g 钨粒(3.2.5), 进行分析测定, 分析并读取结果。

3.5.5.2 锰铁、氮化锰铁和金属锰适用: 称取适量(表 1)试料置于预先盛有 0.300 g 锡粒(3.2.6)的坩埚(3.2.10)内, 依次均匀覆盖 1.800 g 钨粒(3.2.5), 进行分析测定, 分析并读取结果。

3.6 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2

%

碳含量(质量分数)	允 许 差
0.010~0.050	0.006
>0.050~0.120	0.008
>0.120~0.400	0.012
>0.400~1.200	0.030
>1.200~2.500	0.060
>2.50~5.00	0.10
>5.00~10.00	0.15

4 方法二: 气体容量法

4.1 原理

试料于管式燃烧炉中加热并通氧燃烧, 生成的二氧化碳等混合气体经除硫后收集于量气管中, 然后

以氢氧化钾溶液收集其中的二氧化碳,再测量剩余气体体积。吸收前后体积之差即为二氧化碳体积,再换算为碳量。

4.2 试剂和材料

4.2.1 助熔剂,锡粒(0.4 mm~0.8 mm)、铜、铁粉、五氧化二钒等。助熔剂中含碳量(质量分数)不大于0.002%。

4.2.2 石棉纤维。

4.2.3 碱石灰或氢氧化钠。

4.2.4 活性氧化铝,粒状。

4.2.5 活性二氧化锰,粒状。

4.2.6 硫酸, ρ 1.84 g/mL。

4.2.7 硫酸,1+1 000,滴加甲基红溶液呈红色。

4.2.8 铬酸饱和的硫酸溶液,于硫酸(4.2.6)中加重铬酸钾或铬酸酐至饱和,使用其上部澄清溶液。

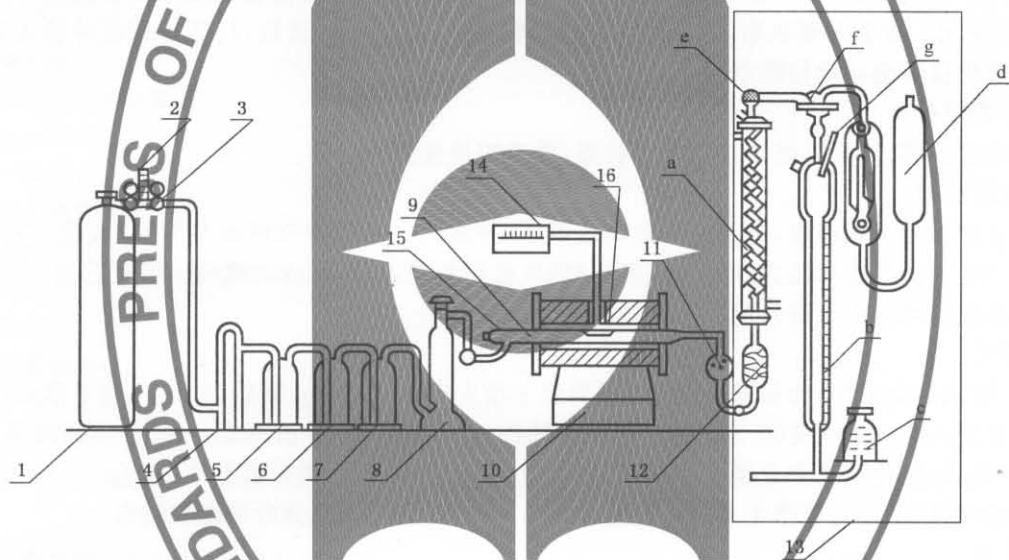
4.2.9 氢氧化钾溶液,400 g/L。

4.2.10 氯化钠溶液,260 g/L,以甲基红溶液作指示剂,滴加硫酸(1+1)至酸性。

4.2.11 氧气,纯度大于99.5%。

4.3 仪器和设备

4.3.1 气体容量法定碳装置见图2。



- 1——氧气瓶;
- 2——氧气表;
- 3——缓冲瓶;
- 4——微型转子流量计;
- 5、6——洗气瓶;
- 7、8——干燥塔;
- 9——高温燃烧管;
- 10——管式燃烧炉;
- 11——石棉纤维;
- 12——除硫管;
- 13——容量定碳仪(包括:冷凝管 a、量气管 b、水准管 c、吸收器 d、小活塞 e、三通活塞 f、温度计 g);
- 14——高温控制器;
- 15——磨砂玻璃赛;
- 16——瓷舟。

图 2

4.3.1.1 洗气瓶,内盛铬酸饱和的硫酸溶液(4.2.8)。

4.3.1.2 洗气瓶,内装碱石灰或氢氧化钠(4.2.3)。

- 4.3.1.3 干燥塔,内装活性氧化铝(4.2.4)。
- 4.3.1.4 高温燃烧管,(23~24) mm×600 mm。
- 4.3.1.5 管式燃烧炉,可调节电流以保证燃烧试样所需的温度。
- 4.3.1.6 石棉纤维,灼烧至无碳。
- 4.3.1.7 除硫管,内装活性二氧化锰(4.2.5)。
- 4.3.1.8 瓷舟,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,冷却后贮存于盛有碱石棉(或碱石灰)和无水氯化钙的未涂油脂的干燥器中。
- 4.3.1.9 量气管,内盛氯化钠溶液(4.2.10)或硫酸溶液(4.2.7)。每一格刻度为 0.05 mL,它是在 16℃、101.32 kPa(760 mmHg)标准状况下刻制的。
- 4.3.1.10 吸收器,内盛氢氧化钾溶液(4.2.9)。
- 4.3.1.11 小活塞,有一方可通大气。
- 4.3.2 长钩,用低碳镍铬丝或耐热合金丝制成。
- 4.3.3 水银气压计,气压值应按公式(1)校正。

$$p = p'(1 - 0.000163t - 0.0026\cos 2\phi - 0.0000002H) \dots\dots\dots (1)$$

式中:

p ——校正后的气压值,kPa;

p' ——水银气压计测得的气压值,kPa;

t ——水银气压计所在处温度,℃;

ϕ ——水银气压计所在处纬度,(°);

H ——水银气压计所在处海拔高度,m。

4.4 取制样

按照 GB/T 4010 的规定进行取制样。锰硅合金、高炉锰铁试样应通过 0.125 mm 筛孔,中低碳锰铁试样应通过 0.149 mm 筛孔。

4.5 分析步骤

4.5.1 试料量

按表 3 称取试料和助熔剂,试料量准确至 0.000 1 g,助熔剂准确至 0.01 g。

表 3

碳量 (质量分数)/%	试料量/g	助熔剂量(任选其一)/g					
		锡粒	铜或 氧化铜	五氧化 二钒	氧化铜+ 五氧化二钒(1+1)	铁粉+ 氧化铜(1+1)	五氧化二钒+ 铁粉(1+1)
0.40~1.20	1.00	0.5	0.5~1.0	0.5~1.0	0.5~1.0	0.5~1.0	0.5~1.0
>1.20~2.50	0.50						
>2.50~5.00	0.20						

4.5.2 空白试验

随同试料做空白试验。

4.5.3 分析准备

将炉温升至 1 200℃~1 350℃,检查管路及活塞是否漏气,装置是否正常,燃烧标准试样,检查仪器及操作。

4.5.4 测定

将试料(4.5.1)置于瓷舟(4.3.1.8)中,按表 3 覆盖助熔剂,将瓷舟推入高温燃烧管温度最高处,立即塞紧磨砂玻璃塞(15),将氧气表上的三通活塞(f)打开,一边调节氧气流速至 120 mL/min~140 mL/min,一边通氧约 3 min,使高温燃烧管中的温度恒定。

按容量定碳仪操作规程,将混合气体导入量气管,定容、吸收后,测量其读数,并确认残留的气体体积没有变化后,启开磨砂玻璃塞,用长钩将瓷舟拉出,检查熔块,确认燃烧完全后,将残留气体放空。

4.5.5 结果计算

按式(2)计算试样中碳的含量(质量分数):

$$w(\text{C})(\%) = \frac{(V_1 A - V_2 A) - V_0 A}{m} \times f \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

A ——温度 16℃,气压 101.32 kPa,用酸性水作封闭液时,封闭液面上每毫升二氧化碳中含碳量 A 值为 0.000 500 0 g;用氯化钠酸性溶液作封闭液时, A 值为 0.000 502 2 g;

V_1 ——混合气体的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——残留气体的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白试验的气体体积,单位为毫升(mL);

m ——试料量,单位为克(g);

f ——温度、气压校正系数,见附录 A 表 A.1 或表 A.2。

4.6 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 4 所列允许差。

表 4

%

碳含量(质量分数)	允 许 差
>0.400~1.200	0.030
>1.200~2.500	0.060
>2.50~5.00	0.10

5 方法三:重量法

5.1 原理

试料于氧气流中在 1 200℃~1 350℃燃烧,生成的二氧化碳由氧气载入吸收瓶中被碱石棉吸收,测量碱石棉之增重,即为生成的二氧化碳量,再换算为碳量。



5.2 试剂和材料

5.2.1 氧气,纯度大于 99.5%。

5.2.2 高氯酸镁,无水,粒状。

5.2.3 助熔剂,锡粒(0.4 mm~0.8 mm)、铜丝、氧化铜、铁粉、五氧化二钒等。助熔剂中含碳量(质量分数)小于 0.002%。

5.2.4 活性二氧化锰,粒状。

5.2.5 碱石棉。

5.2.6 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。

5.3 仪器和设备

重量法定碳装置见图 3。

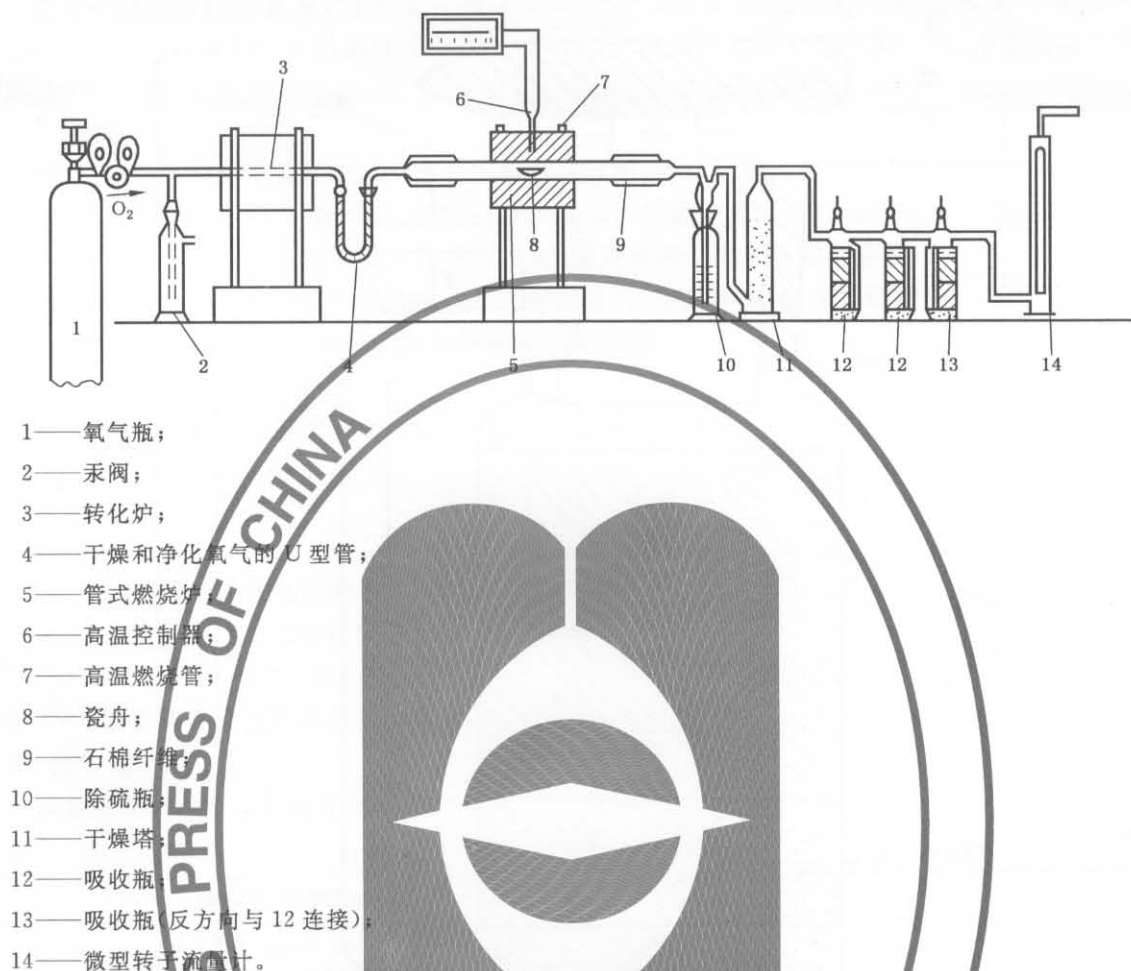


图 3

- 5.3.1 氧气瓶,带有压力调节阀。
- 5.3.2 转化炉,附有内装铂石棉的燃烧管,炉温保持在 625°C 。
- 5.3.3 干燥和净化氧气的U形管(4),内装高氯酸镁(5.2.2)和碱石棉(5.2.5),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。
- 5.3.4 管式燃烧炉,可调节电流以保证燃烧试样所需温度。
- 5.3.5 高温燃烧管,(23~24) mm $\times$ 600 mm。
- 5.3.6 瓷舟,长88 mm或97 mm,应预先于 $1\,200^{\circ}\text{C}$ 管式燃烧炉中通氧灼烧至无碳,也可于 $1\,000^{\circ}\text{C}$ 高温炉中灼烧4 h以上,冷却后贮存于盛有碱石棉(或碱石灰)和无水氯化钙的未涂油脂的干燥器中。
- 5.3.7 石棉纤维,灼烧至无碳。
- 5.3.8 除硫瓶,内装活性二氧化锰(5.2.4)。
- 5.3.9 干燥塔,内装高氯酸镁(5.2.2)。
- 5.3.10 吸收瓶,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 mm~15 mm厚的高氯酸镁(5.2.2)、30 mm~50 mm厚的碱石棉(5.2.5),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4)。

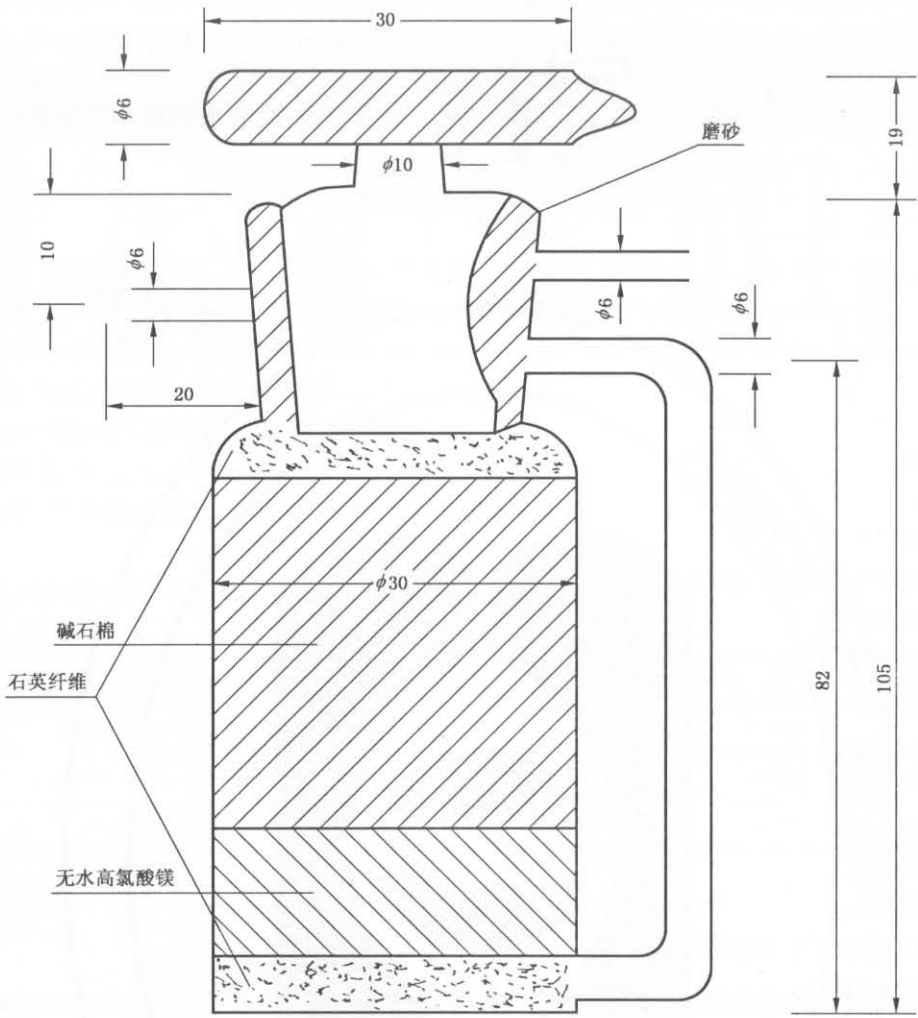


图 4

5.4 取制样

按照 GB/T 4010 的规定进行取制样。高炉锰铁试样应通过 0.125 mm 筛孔, 锰铁试样应通过 0.149 mm 筛孔。

5.5 分析步骤

5.5.1 试料量

按表 5 称取试料和助熔剂, 试料量准确至 0.000 1 g, 助熔剂准确至 0.01 g。

表 5

碳量(质量 分数)/%	试料量/g	助熔剂量(任选其一)/g				
		锡粒	铜或 氧化铜	五氧化 二钒	氧化铜+ 五氧化二钒(1+1)	五氧化二钒+ 铁粉(1+1)
4.00~7.00	0.40	0.5	0.5~1.0	0.5~1.0	0.5~1.0	0.5~1.0
>7.00~8.00	0.30					

5.5.2 空白试验

随同试料做空白试验。

5.5.3 分析准备

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 mL/min~500 mL/min 的速度通入氧气,15 min~20 min 后拆下吸收瓶(12),并在室温下称量,放回原处。

5.5.4 测定

将试料(5.5.1)置于瓷舟(8)中,按表 4 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 mL/min~500 mL/min 的速度通氧,约 1 min 后,当燃烧结束时,继续通氧 15 min~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。

5.5.5 结果计算

按式(3)计算试样中碳的含量(质量分数):

$$w(C)(\%) = \frac{(m_2 - m_1) \times 0.2729}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

m_2 ——试样的二氧化碳的质量,单位为克(g);

m_1 ——试样空白的二氧化碳的质量,单位为克(g);

m ——试料量,单位为克(g);

0.2729——二氧化碳换算成碳的换算系数。

5.6 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 6 所列允许差。

表 6

%

碳含量(质量分数)	允 许 差
4.00~5.00	0.10
>5.00~8.00	0.15

6 方法四:库仑法

6.1 原理

试料于高频感应加热炉的氧气流中燃烧,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。

6.2 试剂和材料

6.2.1 碳酸钡,粉状。

6.2.2 脱脂棉。

6.2.3 玻璃棉。

6.2.4 氧气,纯度大于 99.5%。

6.2.5 钨粒,碳量小于 0.002%,粒度 0.8 mm~1.4 mm。

6.2.6 锡粒,碳量小于 0.002%,粒度 0.4 mm~0.8 mm。

6.2.7 纯铁,碳量小于 0.002%。

6.2.8 重铬酸钾饱和的硫酸溶液,于硫酸(ρ 1.84 g/mL)中加重铬酸钾至饱和,使用其上部澄清溶液。

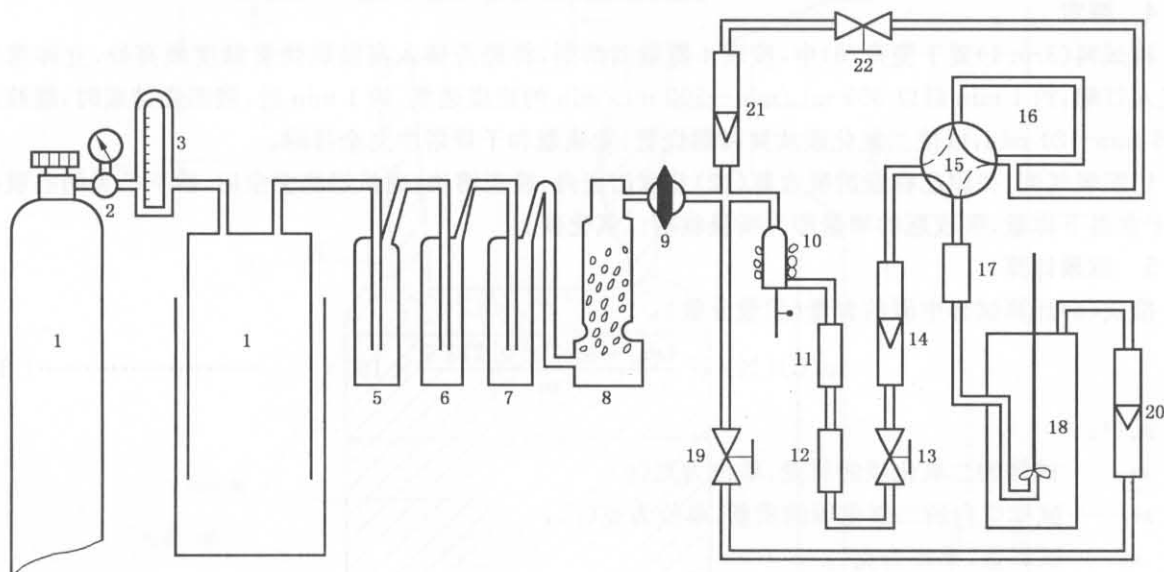
6.2.9 阴极杯溶液,称取 50 g 结晶高氯酸钡溶解于 1 000 mL 水中,加入 20 mL 异丙醇,混匀。

6.2.10 阳极杯溶液,称取 50 g 结晶高氯酸钡溶解于 250 mL 水中,混匀。

6.2.11 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硝酸银溶液(50 g/L),加热至 60℃~70℃,冷却后用上部澄清液。

6.3 仪器和设备

6.3.1 库仑定碳装置见图 5。



- 1——氧气瓶;
- 2——减压阀;
- 3——流量计;
- 4——储氧桶;
- 5、6、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——吸收瓶;
- 13、19、22——针形阀;
- 14、20、21——流量计。

图 5

6.3.1.1 洗气瓶 5,内盛硫酸($\rho 1.84 \text{ g/mL}$)。

6.3.1.2 洗气瓶 6,内盛氢氧化钾溶液(400 g/L)。

6.3.1.3 洗气瓶 7,内盛重铬酸钾饱和的硫酸溶液(6.2.8)。

6.3.1.4 干燥塔,内装氢氧化钠。

6.3.1.5 除尘管,内装脱脂棉(6.2.2)和玻璃棉(6.2.3)。

6.3.2 高频感应加热炉,输出功率不小于 2 kW。

6.3.3 电源稳压器,3 kW。

6.3.4 氧气瓶,装有带流量计的减压阀。

6.3.5 坩埚,直径×高:25 mm×25 mm,并在高于 1 200℃的高温加热炉中灼烧 4 h 或通氧灼烧至空白

值为最低。

6.4 取制样

按照 GB/T 4010 的规定进行取制样。试样应全部通过 0.177 mm 筛孔。

6.5 分析步骤

6.5.1 试料量

称取 0.500 g 试料,准确至 0.000 1 g。

6.5.2 空白试验

随同试料做空白试验数次,取其平均值为空白值,其空白值以 0.50 g 试样计算应不大于 0.005%。

6.5.3 分析准备

6.5.3.1 阴极杯中加入 90 mL~100 mL 阴极杯溶液(6.2.9)。

6.5.3.2 阴极杯中先加入粉状碳酸钡(6.2.1)至半满,然后倒入阳极杯溶液(6.2.10)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。

6.5.3.3 参考电极杯中加入参考电极溶液(6.2.11),并应超过半透膜高度。

6.5.3.4 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。

6.5.3.5 用于分析试样含碳量相近的标准样品按分析步骤 6.5.4 进行测定,确定“电量补偿”位置。

6.5.4 测定

将试料(6.5.1)置于坩埚(6.3.5)中,覆盖 1.5 g 钨粒(6.2.5)、0.3 g 纯铁(6.2.7)和 0.3 g~0.5 g 锡粒(6.2.6)。

待仪器正常后,控制氧气的流速为 200 mL/min~300 mL/min,按入“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并持续 1min 后,切断高压开关。从开始计时起至二氧化碳被全部吸收液吸收约 4 min~6 min 后,读取脉冲计算,按下“自复”开关,关闭通往吸收杯活塞,放下炉管栓托密封,取出坩埚。

6.5.5 结果计算

按式(4)计算试样中碳的含量(质量分数):

$$w(C)(\%) = \frac{(A - A_0) \times 0.5 \times 10^{-6}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

A ——试样的脉冲计数;

A_0 ——试样空白的脉冲计数;

m ——试料量,单位为克(g);

0.5×10^{-6} ——每一个脉冲计数相当于碳的质量,单位为克(g)。

6.6 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 7 所列允许差。

表 7

%

碳含量(质量分数)	允 许 差
0.010~0.050	0.006
>0.050~0.120	0.008
>0.120~0.400	0.012

7 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- a) 鉴别试料、实验室和分析日期等资料；
- b) 遵守本部分规定的程度；
- c) 分析结果及其表示；
- d) 测定中观察到的异常现象；
- e) 对分析结果可能有影响而本部分未包括的操作，或者任选的操作。



GB/T 5686.5—2008

版权专有 侵权必究

*

书号：155066 · 1-32322

定价：16.00 元