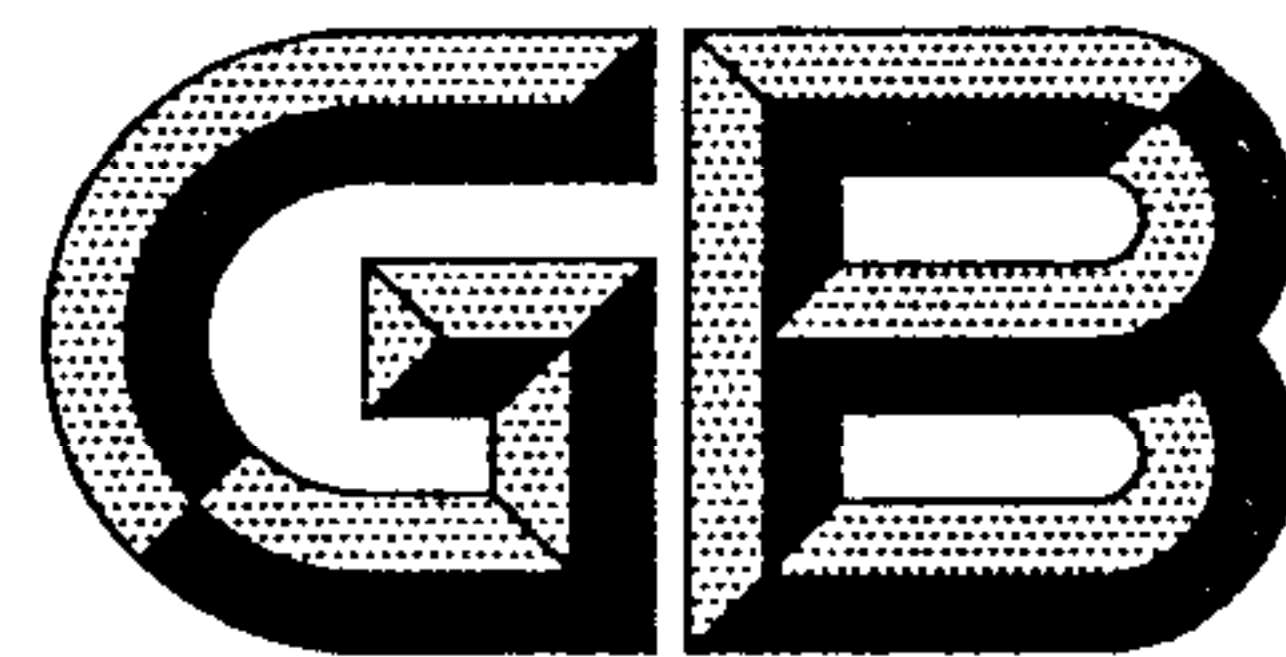




中华人民共和国国家标准

GB/T 4699.4—2008
代替 GB/T 4699.4—1988, GB/T 5687.5—1988, GB/T 5687.7—1988

铬铁和硅铬合金 碳含量的测定 红外线吸收法和重量法

Ferrochromium and silicochromium—Determination of carbon content—
Infrared absorption method and gravimetric 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 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本部分是对 GB/T 5687.5—1988《铬铁化学分析方法 红外线吸收法测定碳量》、GB/T 5687.7—1988《铬铁化学分析方法 重量法测定碳量》、GB/T 4699.4—1988《硅铬合金化学分析方法 红外线吸收法测定碳量》的整合修订。

本部分代替 GB/T 5687.5—1988、GB/T 5687.7—1988、GB/T 4699.4—1988。

本部分与 GB/T 5687.5—1988、GB/T 5687.7—1988 和 GB/T 4699.4—1988 相比较,主要进行了以下修改:

——红外线吸收法测定铬铁中碳的含量检测下限由 0.025% 修改为 0.010%;

——红外线吸收法测定铬铁中碳的含量允许差由“0.025% 时为 0.003%”修改为“0.010% ~ 0.025% 时为 0.003%”。

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:中钢集团吉林铁合金股份有限公司。

本部分主要起草人:杨帆、毕军、于桂萍。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 5687.5—1988;

——GB/T 5687.7—1988;

——GB/T 4699.4—1988。

铬铁和硅铬合金 碳含量的测定

红外线吸收法和重量法

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

本部分规定了用红外线吸收法和重量法测定铬铁、硅铬合金中碳的含量。

本部分中红外线吸收法适用于铬铁、硅铬合金中碳含量测定，测定范围(质量分数)：0.010%～10.50%；重量法适用于铬铁中碳含量的测定，测定范围(质量分数)：4.00%～10.50%。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件，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

试料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测得碳量。

3.2 试剂与材料

3.2.1 丙酮，蒸发后的残余物，碳含量小于0.0005%。

3.2.2 高氯酸镁，无水、颗粒。

3.2.3 烧碱石棉，粒状。

3.2.4 玻璃棉。

3.2.5 钨粒，碳量小于0.002%，粒度0.8 mm～1.4 mm。

3.2.6 锡粒，碳量小于0.002%，粒度0.4 mm～0.8 mm。必要时应用丙酮(3.2.1)清洗表面，并于室温干燥。

3.2.7 纯铁，碳量小于0.002%。

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 陶瓷坩埚，直径×高，23 mm×23 mm或25 mm×25 mm，并于大于1200℃的高温加热炉中灼烧4 h或通氧灼烧至空白值为最低。

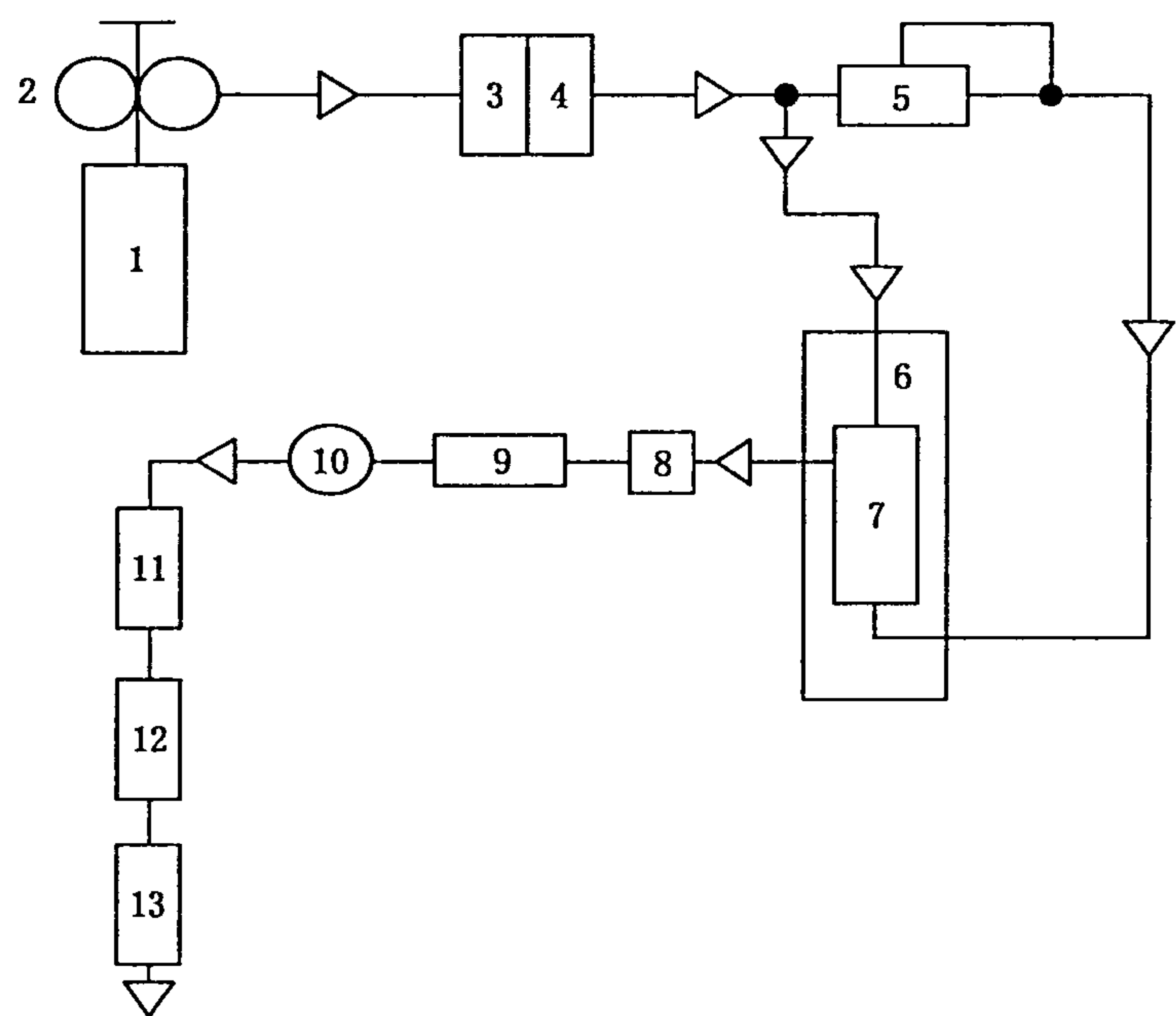
3.2.11 坩埚钳。

3.3 仪器及设备

3.3.1 红外线吸收定碳仪(灵敏度为 1.0×10^{-6})

其装置如图1。

GB/T 4699.4—2008



- 1——氧气瓶；
- 2——两级压力调节器；
- 3——洗气瓶；
- 4,9——干燥管；
- 5——压力调节器；
- 6——高频感应炉；
- 7——燃烧管；
- 8——除尘器；
- 10——流量控制器；
- 11——一氧化碳转化为二氧化碳的转换器；
- 12——除硫器；
- 13——二氧化碳红外检测器。

图 1

3.3.1.1 洗气瓶,内装烧碱石棉(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提供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(氮气或压缩空气)、两级压力调节器及保证提供合适压力和额定流量的时序控制部分。

3.3.3 高频感应炉,应满足试料熔融温度的要求。

3.3.4 控制系统

3.3.4.1 微处理机系统包括中央处理器、存储器、键盘输入设备、信息中心显示屏、分析结果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 0.1 mg)、红外线分析器及电子测量元件组成。

3.4 取制样

按 GB/T 4010 规定进行取制样。微碳铬铁、低碳铬铁、不宜破碎中碳铬铁试料粒度应为 0.154 mm~1.60 mm;易破碎中碳铬铁、高碳铬铁、硅铬合金试料应全部通过 0.125 mm 筛孔。

3.5 分析步骤

3.5.1 试料量

铬铁按表 1 称取试料,精确至 0.000 1 g。

表 1

碳 量/%	试料量/g
0.025~3.00	0.45~0.50
>3.00~10.50	0.25~0.30

硅铬合金称取 0.20 g~0.25 g 试料,精确至 0.000 1 g。

3.5.2 空白试验

3.5.2.1 铬铁

在预先盛有 0.300 g±0.005 g 锡粒(3.2.6)的坩埚中(3.2.9)内,覆盖 1.500 g±0.005 g 钨粒(3.2.5),于同一量程或通道,按 3.5.5 进行测定。重复足够次数,直至得到低而比较一致的读数。记录最小的三次读数,计算平均值,并参考仪器说明书,将平均值输入到分析仪中,仪器在测定试料时会进行空白值的电子补偿。

3.5.2.2 硅铬合金

在预先盛有 0.200 g~0.250 g 与待测试料同类型的低碳(碳量小于 50 ppm)标准样品(如没有同种标样,可选其他成分相近的钢标)置于预先盛有 0.600 g±0.005 g 纯铁(4.7)的坩埚(4.10)内,上面覆盖 0.500 g±0.005 g 锡粒(4.6)和 1.500 g±0.005 g 钨粒(4.5),于同一量程或通道,按 7.5 进行测定。重复足够次数,直至得到低而比较一致的读数。空白值应等于测定的碳量与已知标样碳量之差。

记录最小的三次读数,计算平均值,并参考仪器说明书,将平均值输入到分析仪中,仪器在测定试料时会进行空白值的电子补偿。

3.5.3 分析准备

3.5.3.1 按说明书调试检查仪器,使仪器处于正常稳定状态。

3.5.3.2 选择设置最佳分析条件。

3.5.3.3 应用标准样品及助熔剂按 3.5.5.1 和 3.5.5.2 作两次测试,以确定仪器是否正常。

3.5.3.4 铬铁称取 0.500 g、硅铬合金称取 0.250 g 含碳量为 0.050%左右的标准样品若干份,按3.5.5 进行测定,其结果波动应在±0.003%范围内,否则应按仪器要求调节仪器的灵敏度。

3.5.4 校正试验

3.5.4.1 根据待测试料的含碳量,选择相应的量程或通道,并选择三个同类型标准样品(待测试料的含碳量应落在所选三个标准样品含碳量的范围内)。依次进行校正,测得结果的波动应在允许差范围内,以确认系统的线性,否则应按仪器说明书调节系统的线性。

3.5.4.2 不同量程或通道,应分别测其空白值并校正。

3.5.4.3 当分析条件发生变化时,如仪器尚未预热到 1 h,氧气源、坩埚或助熔剂的空白值已发生改变时,都要求重新测定空白值并校正。

3.5.5 测定

3.5.5.1 按待测试料的含碳范围,分别选择仪器的最佳分析条件:如仪器的燃烧积分时间、比较水准(或设定数)的设置等。

3.5.5.2 添加助熔剂

GB/T 4699.4—2008

3.5.5.2.1 铬铁

将称取的试料(3.5.1)置于预先盛有 0.300 g±0.005 g 锡粒(3.2.6)的坩埚(3.2.10)内,覆盖 1.500 g±0.005 g 钨粒(3.2.5)。

3.5.5.2.2 硅铬合金

将称取的试料(3.5.1)置于预先盛有 0.600 g±0.005 g 纯铁(3.2.7)的坩埚(3.2.10)内,上面覆盖 0.500 g±0.005 g 锡粒(3.2.6)和 1.500 g±0.005 g 钨粒(3.2.5)。

3.5.5.3 钳取坩埚放到炉台坩埚座上,按仪器说明书操作,开始分析并读取结果。

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 %

碳量(质量分数)	允 许 差
0.010~0.025	0.003
>0.025~0.070	0.006
>0.070~0.12	0.008
>0.12~0.40	0.012
>0.40~1.20	0.030
>1.20~2.50	0.050
>2.50~5.00	0.10
>5.00~8.00	0.15
>8.00~10.50	0.20

4 方法二 重量法

4.1 原理

试料于氧气流中在 1 200℃~1 350℃燃烧,碳被氧化成二氧化碳,由氧气载入吸收瓶中被碱石棉吸收,测量碱石棉之增重,即为生成二氧化碳量,再换算为碳量。

4.2 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或与其纯度相当的水。

4.2.1 氧气,纯度大于 99.5%。

4.2.2 高氯酸镁,无水、粒状。

4.2.3 助熔剂,锡粒(0.4 mm~0.8 mm)、铜丝、氧化铜、铁粉、五氧化二钒等,助熔剂中含碳量应小于 0.002%。

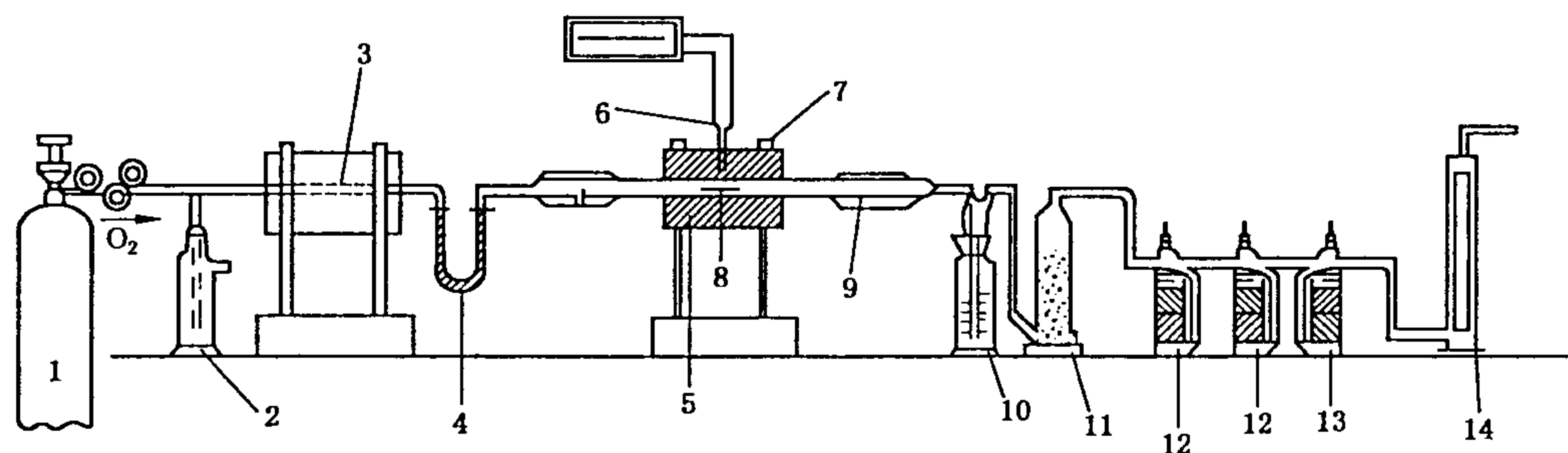
4.2.4 二氧化锰,活性、粒状。

4.2.5 碱石棉。

4.2.6 铬酸饱和硫酸溶液,于硫酸(ρ1.84 g/mL)中加重铬酸钾或铬酸酐至饱和,使用其上面澄清溶液。

4.3 仪器及设备

重量法定碳装置见图 2。



- 1——氧气瓶；
- 2——汞阀；
- 3——转化炉；
- 4——干燥和净化氧气的 U 形管；
- 5——管式燃烧炉；
- 6——高温控制器；
- 7——高温燃烧管；
- 8——瓷舟；
- 9——石棉纤维；
- 10——除硫瓶；
- 11——干燥塔；
- 12——吸收瓶；
- 13——吸收瓶(反方向与 12 连接)；
- 14——微型转子流量计。

图 2

- 4.3.1 氧气瓶(1),带有压力调节阀。
- 4.3.2 转化炉(3),附有内装铂石棉的燃烧管,炉温保持在 625℃。
- 4.3.3 干燥和净化氧气的 U 形管(4),内装高氯酸镁(4.2.2)和碱石棉(4.2.5),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。
- 4.3.4 管式燃烧炉(5),可调节电流以保证燃烧试样时所需温度。
- 4.3.5 高温燃烧管(7),直径×长度,23 mm~24 mm×600 mm。
- 4.3.6 瓷舟(8),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。
- 4.3.7 石棉纤维(9),灼烧至无碳。
- 4.3.8 除硫瓶(10),内装二氧化锰(4.2.4)。
- 4.3.9 干燥塔(11),内盛高氯酸镁(4.2.2)。
- 4.3.10 吸收瓶(12),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(4.2.2)、30 mm~50 mm 厚的碱石棉(4.2.5),顶部覆盖玻璃纤维。在与测定试料相同条件下通氧至恒量。待用的吸收瓶的质量应小于 100 g(见图 3)。

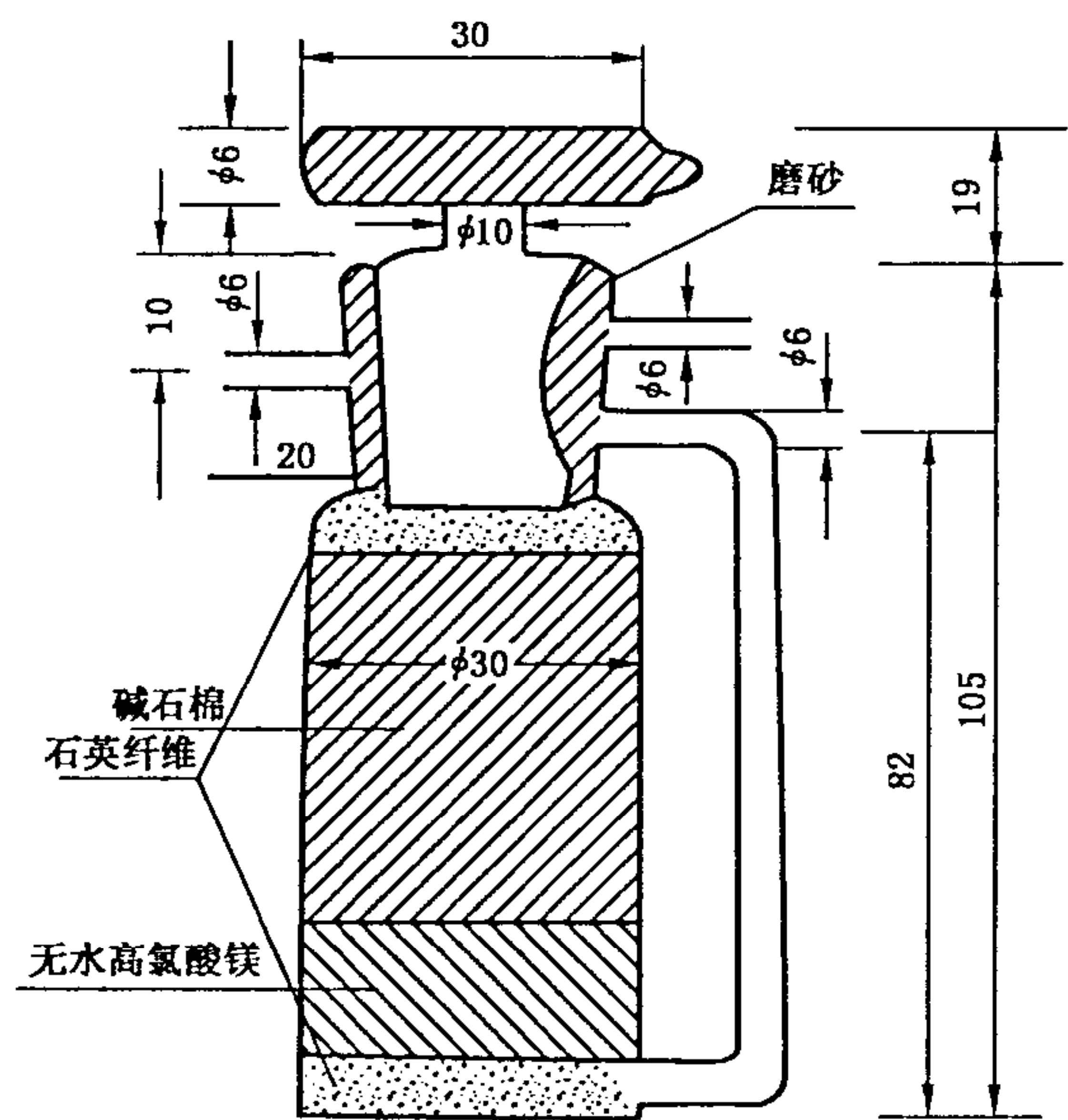


图 3

4.4 取制样

按 GB/T 4010 规定进行取制样。微碳铬铁、低碳铬铁、不宜破碎中碳铬铁试料粒度为 0.154 mm～1.68 mm；易破碎中碳铬铁、高碳铬铁、硅铬合金试料应全部通过 0.125mm 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，精确至 0.000 1 g。

表 3

碳量/%	试料量/g	助熔剂(任选其一)量/g	
		铜或氧化铜+铁粉	五氧化二钒+铁粉
4.00～7.00	0.40	0.5+1.0	0.5+1.0
>7.00～8.00	0.30		
>8.00～10.50	0.20		

4.5.2 空白试验

随同试料进行空白试验。

4.5.3 分析前的准备

连接好定碳装置，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。

4.5.4 测定

将试料(4.5.1)置于瓷舟(8)中，按表 1 覆盖助熔剂，将瓷舟(8)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 的速度通入氧气，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(8)，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质量。

4.6 结果计算

按式(1)计算试样中碳含量(质量分数)：

$$w(C)(\%) = \frac{(m_2 - m_1) \times 0.2729}{m} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中：

m_1 ——空白试验测得二氧化碳的质量,单位为克(g)；

m_2 ——燃烧试料测得二氧化碳的质量,单位为克(g)；

m ——试料量,单位为克(g)；

0.272 9——二氧化碳换算为碳的系数。

4.7 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
4.00~10.00	0.06
>10.00~10.50	0.08

5 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。
-

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
铬铁和硅铬合金 碳含量的测定
红外线吸收法和重量法
GB/T 4699.4—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 0.75 字数 15 千字
2008年7月第一版 2008年7月第一次印刷

*

书号: 155066 · 1-32267

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



GB/T 4699.4—2008