

铁合金—碳含量的测定—气体容量法

1 范围

本推荐方法用气体容量法测定铁合金中碳的含量。

本方法适用于硼铁、硅锰、锰铁、碳素铬铁、钒铁、磷铁等铁合金中质量分数小于 6.0% 的碳含量的测定。

2 原理

试料置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吸收其中的二氧化碳，吸收前后体积之差即为二氧化碳体积，再换算为碳的质量分数。

3 试剂及材料

3.1 助熔剂：锡粒（0.4~0.8mm）、铜、铁粉、钨粉等。助熔剂中含碳量小于 0.002%

3.2 石棉纤维

3.3 碱石灰或氢氧化钠

3.4 活性氧化铝，粒状

3.5 活性二氧化锰，粒状

3.6 硫酸， ρ 约 1.84g/mL

3.7 硫酸，1+1000，滴加甲基红溶液呈红色。

3.8 铬酸饱和的硫酸溶液

于硫酸中加重铬酸钾或铬酸酐至饱和，使用其上部澄清溶液。

3.9 氢氧化钾溶液，400g/L

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

3.11 氧气：纯度在 99.5% 以上。

4 仪器及设备

4.1 气体容量法定碳装置见图

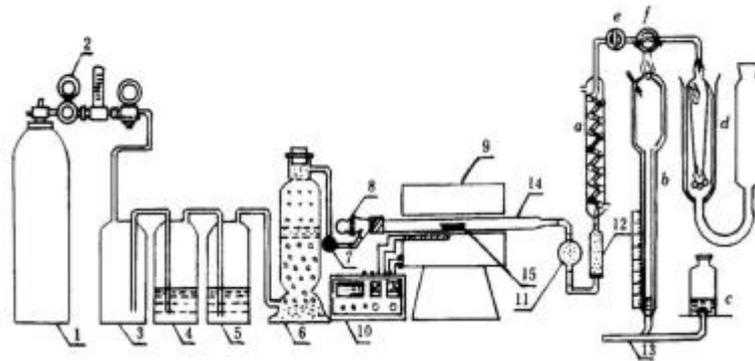


图 气体容量法定碳装置

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，水准瓶 c，吸收器 d，小活塞 e，三通活塞 f，温度计 g）；

14—温度控制器；15—磨砂玻璃塞；16—瓷舟。

- 4.1.1 洗气瓶(5), 内盛铬酸饱和的硫酸溶液
- 4.1.2 洗气瓶(6), 内装碱石灰或氢氧化钠
- 4.1.3 干燥塔(7、8), 内装活性氧化铝
- 4.1.4 高温燃烧管(9), $\phi \times l$: 23~24 × 600 mm。
- 4.1.5 管式燃烧炉(10), 可调节电流以保证燃烧试料所需的温度
- 4.1.6 石棉纤维(11), 燃烧至无碳
- 4.1.7 除硫管(12), 内装活性二氧化锰
- 4.1.8 瓷舟(16), 长 88mm 或 97mm

应预先在 1200℃管式燃烧炉中通氧灼烧至无碳。也可于 1000℃高温炉中灼烧 4h 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。

- 4.1.9 量气管(b), 内盛氯化钠溶液(260g/L)或硫酸溶液(0.1+100)。

每一格刻度为 0.05mL。它是在 16℃, 101.32 kPa (760mmHg) 标准状况下刻制的。

- 4.1.10 吸气器(d): 内盛有氢氧化钾溶液(400g/L)。
- 4.1.11 小活塞(e): 有一方可通大气。

4.2 长钩, 用低碳镍丝或耐热合金丝制成。

4.3 水银气压计

气压值应按公式(1)校正:

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

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 ——水银气压计所处温度, °C;

δ ——水银气压计所处纬度, °;

H ——水银气压计所处海拔高度, m。

5 操作步骤

5.1 称样

按表 1 称取粒度小于 0.125mm 的试样(精确至 0.0001g)和助熔剂。

表 1

试料	含碳量 (%)	称样量 (g)	助熔剂量 (g)				氧气流速 (mL/min)
			锡粒	铜丝或氧化铜	纯铁	钨粒	
硼铁	≤0.3	2.00	1.2			1.0	200
	>0.3~1.00	1.00	1.2			1.0	200
	>1.00~2.00	0.50	0.5		0.5		350
	>2.00~3.00	0.25	0.5		0.5		350
硅锰	0.40~1.20	1.00	0.5				120~140
	>1.20~2.50	0.50	0.5				120~140
	>2.50~4.00	0.20	0.5				120~140
锰铁	0.40~5.00	0.20~1.00		1.5~2.0			120~140
中低碳铬铁	<0.25	0.50		1.5~2.0			120~140
碳素铬铁	<6.0	0.10		1.5~2.0			
钒铁	0.4~1.20	1.00	0.5				120~140
磷铁	0.4~1.20	1.00	0.5				120~140

5.2 空白试验

随同试料做空白试验。

5.3 分析前的准备

将炉温升至 1200℃~1350℃，检查管路及活塞是否漏气，装置是否正常，燃烧标准样品，检查仪器及操作。

5.4 测定

将试料置于瓷舟中，按表 1 量覆盖助熔剂，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），将氧气表上三通活塞（f）打开，按表 1 调节氧气流速，通氧 3min，使高温燃烧管中温度恒定。

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。

6. 计算

按下式计算碳的含量，以质量分数表示：

$$w_c/\% = \frac{(V_1 A - V_2 A) - V_0 A}{m} \times f \times 100$$

式中：A——温度 16℃，气压 101.32 kPa，用酸性水作封闭液时，封闭液上每毫升二氧化碳中含碳量 A 值为 0.0005000g；用氯化钠酸性溶液作封闭液时 A 值为 0.0005022g；

V_1 ——混合气体的体积，mL；

V_2 ——残留气体的体积，mL；

V_0 ——空白试验的气体体积，mL；

m ——试料的质量，g；

f ——温度、气压校正系数。可根据封闭液类型查表确定（见 GB 7730.6-88 附录 A 表 1、表 2）。