

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。



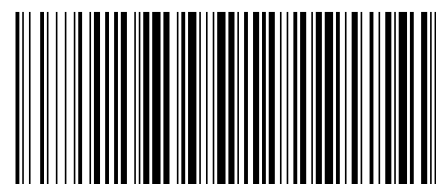
中华人民共和国国家标准

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



GB/T 5686.5—2008

版权专有 侵权必究

*

书号：155066·1-32322

定价：16.00 元

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

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):

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

式中:

A——试样的脉冲计数;

A₀——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

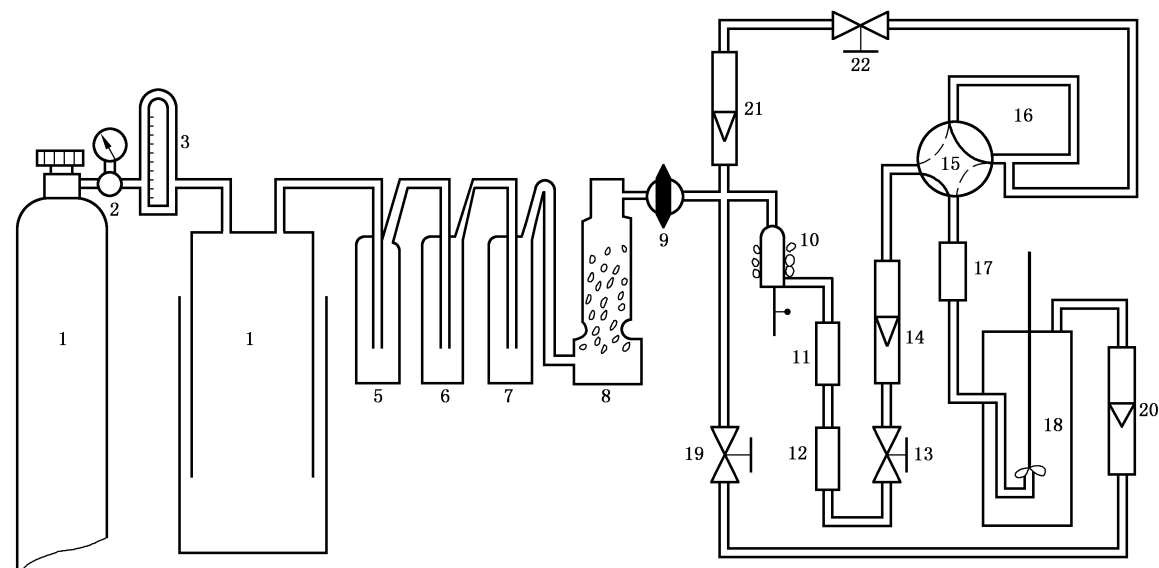
%

| 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 |

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

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。