

ICS 77.100
H 11



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

GB/T 4699.4—2008

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

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 定价 14.00 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



GB/T 4699.4—2008

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

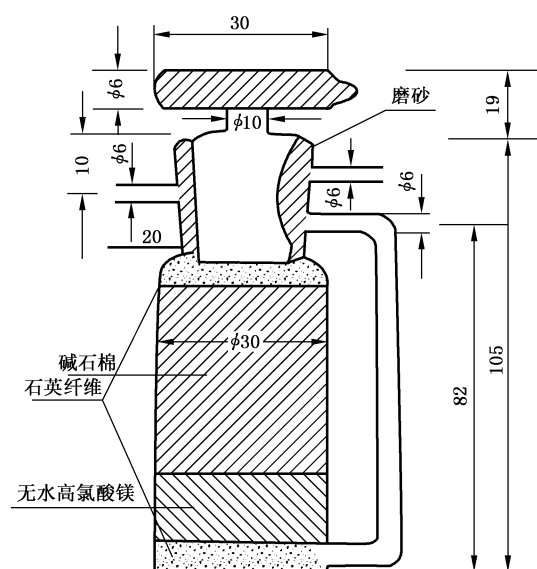


图 3

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):

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

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。

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(ρ 1.84 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。

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 0.000 5%。

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 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。