



中华人民共和国国家标准

GB/T 223.71—1997

钢铁及合金化学分析方法 管式炉内燃烧后重量法测定碳含量

Methods for chemical analysis of iron, steel and alloy
The gravimetric method after combustion in the pipe furnace
for the determination of carbon content

1997-03-17 发布

1997-09-01 实施

国家技术监督局 发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
钢铁及合金化学分析方法
管式炉内燃烧后重量法测定碳含量
GB/T 223.71—1997

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045
电 话:68522112
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 3/4 字数 16 千字
1997 年 10 月第一版 1998 年 3 月第三次印刷
印数 1 301—2 800

*

书号: 155066 • 1-14131 定价 10.00 元

*

标 目 319—32

前 言

本标准是根据中华人民共和国国家标准 GB/T 1.1—1993 标准化工作导则 第1单元:标准的起草与表述规则 第1部分:标准编写的基本规定和 GB 1.4—88 标准化工作导则 化学分析方法编写规定,对 GB 223.71—91 钢铁及合金化学分析方法 燃烧重量法测定碳量进行修订。

根据 GB/T 1.1—1993 第4章 4.2.3、4.3.3 以及 GB 1.4—88 第6章 6.10 的规定,这次修订中,增加了“前言”、第2章“引用标准”、第6章“取制样”和第10章“试验报告”。

本标准的附录 A、附录 B 都是提示的附录。

本标准从生效之日起,同时代替 GB 223.71—91。

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由全国钢标准化技术委员会技术归口。

本标准由上海冶金设备总厂、冶金工业部钢铁研究总院起草。

本标准主要起草人:金胜辉,王玉兴,郭香,崔秋红。

本标准 1981 年以 GB 223.1(一)—81 首次发布,1991 年以 GB 223.71—91 进行了修订并确定了方法精密度。

中华人民共和国国家标准

钢铁及合金化学分析方法 管式炉内燃烧后重量法测定碳含量

GB/T 223.71—1997

Methods for chemical analysis of iron, steel and alloy
The gravimetric method after combustion in the pipe
furnace for the determination of carbon content

代替 GB 223.71—91

1 范围

本标准规定用管式炉内燃烧后重量法测定碳含量。

本标准适用于铁、钢、高温合金和精密合金中 0.10%(m/m)~5.00%(m/m)碳含量的测定。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。在标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 222—84 钢的化学分析用试样 取样法及成品化学成分允许差

GB 6379—86 测试方法的精密度 通过实验室间试验确定标准测试方法的重复性和再现性

3 方法提要

试料与助熔剂在高温(1 200℃~1 350℃)管式炉内通氧燃烧,碳完全被氧化成二氧化碳。除去二氧化硫后,以已知质量的碱石棉吸收瓶吸收混合气体中的二氧化碳。称量吸收瓶之增量,由增量计算试样中的碳含量。

4 试剂和材料

4.1 氧 纯度不低于 99.5%(m/m)。

若怀疑氧中含有机杂质,则必须在净化装置之前增加 1 只加热温度至 450℃以上的氧化催化剂[氧化铜(Ⅱ)或铂]管予以处理。

4.2 溶剂 适于洗涤试样上的油质或污垢,如丙酮等。

4.3 高氯酸镁[Mg(ClO₄)₂] 粒度:0.7 mm~1.2 mm。

4.4 助熔剂 锡粒、铜丝、氧化铜、铁粉、五氧化二钒等,助熔剂中碳含量应小于 0.002%(m/m)。

4.5 活性二氧化锰 粒状。

当没有适宜品级的活性二氧化锰时,可按下述方法进行制备。

为制备约 50 g 的活性二氧化锰,在 4 L 烧杯中将 200 g 四合水硫酸锰(MnSO₄·4H₂O)溶解于 2.5 L 水中,用氨水(ρ0.90 g/mL)调节成碱性后,加入 1 L 新制备的过硫酸铵溶液(225 g/L),将溶液加热至沸,继续煮沸 10 min,加热煮沸期间,为保持溶液呈氨性要不断地加入氨水,让沉淀沉降。如果澄清液不清亮或沉淀沉降不快,可再加入 50 mL~100 mL 过硫酸铵溶液(225 g/L),煮沸 10 min 并保持溶液始终呈氨性。将溶液放置一些时间,让二氧化锰沉降完全,仔细虹吸出澄清液,用 3 L 或 4 L 温水,每

国家技术监督局 1997-03-17 发布

1997-09-01 实施

次500 mL~600 mL以倾析法洗涤沉淀。在每次洗涤后和倾析之前,都要充分搅拌水中的二氧化锰,让其沉降。最后用很稀的硫酸溶液[每1 000 mL溶液中滴加2滴硫酸(ρ 1.84 g/mL)]以同样的方法再洗涤两次。

在这期间,准备一只口径15 cm的漏斗,另取一只直径5 cm的滤盘放置于漏斗上并在滤盘上铺上一薄层净化过的石棉浆(也可用布氏瓷漏斗代替滤盘)。在最后一次洗涤后,将二氧化锰移到过滤器上,用温水洗涤至无硫酸根离子为止,然后将其放于瓷盘上,在105℃的烘箱中烘干。在研钵中将二氧化锰研细以便它通过孔径0.8 mm的筛,再于105℃下充分烘干。

4.6 碱石棉 固体,粒度为2.00 mm~0.90 mm或者0.90 mm~0.63 mm,防止与空气接触。

4.7 铬酸饱和的硫酸溶液 称取30 g重铬酸钾置于600 mL烧杯中,加30 mL~40 mL水,加热溶解,低温蒸发至近干、呈结晶状,加500 mL硫酸(ρ 1.84 g/mL),微热使结晶溶解。

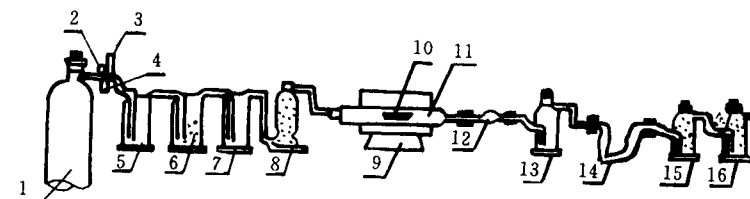
4.8 脱脂棉

4.9 玻璃棉

5 仪器与设备

分析中,除下列规定外,仅用通常的实验室仪器、设备。

仪器与设备图



1—氧瓶;2—分压表;3—流量计;4—缓冲瓶;5—空洗瓶;6—洗气瓶;7—空洗瓶;
8—干燥和氧净化塔;9—管式炉;10—瓷舟;11—瓷管;12—过滤管;13—除硫瓶;
14—四联球;15—水吸收瓶;16—二氧化碳吸收瓶

图1 仪器与设备图

5.1 氧瓶,带有压力调节阀(见图1)。

5.2 洗气瓶(见图1) 内盛铬酸饱和的硫酸溶液(4.7),装入量约占瓶高度的三分之一。

5.3 干燥和氧净化塔(见图1) 下层装碱石棉(4.6),上层装无水高氯酸镁(4.3),中间隔以玻璃棉(4.9),底部和顶部也铺以玻璃棉。

5.4 管式炉(见图1) 附热电偶与温度自动控制器。高温加热设备也可用高频加热装置。

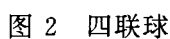
5.5 瓷舟(见图1) 长77 mm,88 mm,97 mm均可。使用前须在1 000℃高温炉中灼烧1 h~2 h,冷却后置于盛有变色硅胶的不涂油的干燥器中备用。

5.6 瓷管(见图1) 长600 mm、内径23 mm(亦可采用近似规格的瓷管)。使用前先检查是否漏气,然后分段高温灼烧,瓷管两端露出炉外部份长度不小于175 mm。

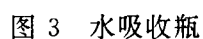
5.7 过滤管(见图1) 装有干燥脱脂棉(4.8)的干燥管。

5.8 除硫瓶(见图1) 装有颗粒活性二氧化锰(4.5),顶部铺以玻璃棉(4.9)。分析高硫试样时,可增加除硫剂的用量,或多加一个除硫管。

5.9 四联球(见图1) 内盛铬酸饱和的硫酸溶液(4.7),装入量约为球体的五分之二(见图2)。



5.10 水吸收瓶(见图 1) 内装无水高氯酸镁(4.3),上下均匀地铺玻璃棉(4.9)(见图 3)。



5.11 二氧化碳吸收瓶(见图 1) 内装碱石棉(4.6),底部均匀地铺以玻璃棉(4.9),表面装 10 mm~15 mm高氯酸镁(4.3),其总质量不超过 100 g(见图 3)。为防止与空气接触,用橡皮塞封闭二氧化碳进气孔。

5.12 长钩 以低碳镍铬丝或耐热合金丝制成,用以推拉瓷舟。

6 取制样

按照 GB 222 或适当的铁的国家标准取制样。

7 分析步骤

安全须知:对燃烧分析来说,危险主要来自预先灼烧瓷舟和熔融时的烧伤。分析中无论何时取用瓷舟都必须使用镊子,并用适宜的容器盛放。操作盛氧钢瓶必须有正规的预防措施。由于狭窄空间中存在高浓度氧时有引发火灾的危险,必须将燃烧过程的氧有效地从设备中排出。

7.1 分析前准备

7.1.1 装上瓷管。接通电源,升温。铁、碳钢和低合金钢试样,升温至 $1\,200^{\circ}\text{C}\sim 1\,250^{\circ}\text{C}$,中高合金钢、高温合金等难熔试样,升温至 $1\,350^{\circ}\text{C}$ 。

注:部分高温合金,如钴基合金、钛基合金,用管式炉难以熔融,可以采用高频感应炉内燃烧后红外吸收法测定。

7.1.2 通入氧,检查整个装置的管路及活塞是否漏气,将盛有试料的瓷舟置于瓷管内,以硅橡皮塞塞紧瓷管,观察四联球中铬酸饱和的硫酸溶液,若有回流,表明仪器装置不漏气。

7.1.3 接上水吸收瓶和二氧化碳吸收瓶,顺次转开活塞,通入氧(流速 $500\text{ mL/min}\sim 800\text{ mL/min}$),空洗 $3\text{ min}\sim 5\text{ min}$,关闭氧和两个吸收瓶的活塞。取下二氧化碳吸收瓶,用橡皮塞封闭二氧化碳进气口,置于天平内 $5\text{ min}\sim 10\text{ min}$ 。用长钩将瓷舟拉出。称量后重复通氧操作直至两次称量差值小于 0.3 mg ,把二氧化碳吸收瓶装回原处即可进行分析。

注

- 1 新装二氧化碳吸收瓶,应通氧 $20\text{ min}\sim 30\text{ min}$,然后分析二次碳含量较高的试样,称量。再通氧 $3\text{ min}\sim 5\text{ min}$,称量并重复 $1\sim 2$ 次,其前后二次差值应小于 0.3 mg (减轻质量超过此数值较大时,说明有失水现象,不能使用)。
- 2 当二氧化碳吸收瓶中碱石棉变成白色的高度将近全部碱石棉高度三分之一时,必须更换碱石棉。在安装二氧化碳吸收瓶时,动作要迅速,否则碱石棉会很快吸收空气中的二氧化碳和水。二氧化碳吸收瓶装得好坏对分析结果有很大影响。如底部的玻璃棉铺得均匀,吸收时二氧化碳均匀地上升,吸收效果好,反之效果就差。

7.2 空白试验

将助熔剂(见表 1)置于瓷舟中铺匀,按 7.3.3、7.3.4 的规定进行测定,仔细测定二氧化碳吸收瓶的增量(m_1)。一般空白值不应超过 0.3 mg ,若空白值不正常,则在继续操作前应找出原因,重新做空白试验。

表 1 助熔剂量

加入量,g 名称 试样种类	锡 (粒、片)	铜或氧化铜	锡(粒、片)+铁粉 (1+1)	氧化铜+铁粉 (1+1)	五氧化二钒+铁粉 (1+1)
铁、碳钢和中低合金钢	0.25~0.50	0.25~0.50	—	—	—
高合金钢、高温合金、精密合金	—	—	0.25~0.50	0.25~0.50	0.25~0.50

7.3 测定

7.3.1 选择一个与分析试样碳含量和合金成分相类似的标准试样按 7.3.2、7.3.3、7.3.4 的规定进行测定,检查系统是否正常和完全吸收。

7.3.2 试料量(见表 2)

以适当的溶剂(4.2)洗涤试样表面的油质或污垢,加热蒸发除去残余的洗涤液。

表 2 试料量

碳含量, % (m/m)	试料量, g
0.10~0.30	2.00±0.01, 准确至 1 mg
>0.30~2.00	1.00±0.01, 准确至 1 mg
>2.00~3.00	0.50±0.01, 准确至 0.1 mg
>3.00~5.00	0.25±0.01, 准确至 0.1 mg

7.3.3 将试料置于瓷舟中铺匀,按表 1 规定加入适量助熔剂,均匀覆盖于试料上。

7.3.4 启开硅橡皮塞,将瓷舟放入瓷管内,用长钩推至高温处,立即塞紧橡皮塞,预热 20 s 左右,然后依次转开水吸收瓶及二氧化碳吸收瓶活塞,使这两个吸收瓶与大气相通,立即转开供氧活塞,调节氧流速(燃烧时流速 1 500 mL/min);待试料燃烧结束(此时四联球中铬酸饱和硫酸溶液由缓慢跳动转为恒速跳动),减速通氧(600 mL/min~1 000 mL/min),吸收 5 min 左右。关闭氧和两个吸收瓶活塞,取下二氧化碳吸收瓶,用橡皮塞封闭二氧化碳吸收瓶进气孔后置于天平内,用长钩将瓷舟拉出。待 5 min~10 min 后测定吸收瓶的增量(m_2)。

7.3.5 检查瓷舟,如熔渣不平、断面有气孔,表明燃烧不好,需要重新称样测定。

注

- 1 高合金试样要适当增加预热时间,可通过观察四联球中铬酸饱和硫酸溶液液面上升情况通氧。
- 2 连续分析试样时,可由后一次质量减去前一次质量的差值,计算含量。如果分析工作间断 20 min 以上,应重新通氧空洗 3 min~5 min,重新称取二氧化碳吸收瓶质量。

8 分析结果及其表示

以质量百分数表示的碳含量由公式(1)计算:

$$C[\%(m/m)] = \frac{(m_2 - m_1) \times 0.2729}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: m_1 ——空白试验测得二氧化碳的质量, g;

m_2 ——试料分析测得二氧化碳的质量, g;

m ——试料量, g;

0.2729——二氧化碳换算成碳的换算系数。

9 精密度

本标准的精密度是在 1989 年由 8 个实验室以 10 个碳的水平,每个实验室对每个碳的水平按照 GB 6379 的规定测定三次所作的共同试验确定的。试验用试样见附录 A。各实验室报出的原始数据(测定值)见附录 B。

原始数据按照 GB 6379 进行统计分析。精密度见表 3。

表 3 精密度

水平范围, % (m/m)	重复性 r	再现性 R
0.10~5.00	$r = 0.008859 + 0.008139 m$	$R = 0.01762 + 0.01759 m$

如果应用本标准得到的两个独立测定值之间的差值超过表 3 中所列精密度函数式计算出的重复性值或再现性值,则认为这两个测定值是可疑的。

10 试验报告

试验报告应当包括下列内容：

- 1) 鉴别试样、实验室和分析日期的资料；
- 2) 遵守本标准的程度；
- 3) 分析结果及其表示；
- 4) 测定中观察到的异常现象；
- 5) 对分析结果可能有影响而本标准中未包括的操作、或者任选的操作。

附录 A

(提示的附录)

管式炉内燃烧后重量法精密度试验所用的试样

表 A1 管式炉内燃烧后重量法精密度试验所用的试样

试 样	碳含量, % (m/m)	试 样	碳含量, % (m/m)
183 Cr25Mo3Ti	0.12	6 702-1 SiMnV	1.42
166-2 4Cr3SiMnWV	0.45	217 W3CrV	1.60
224 高碳钢	0.652	210 Cr12W	2.06
1 301 低合金钢	0.91	GB 1114 铸铁	3.16
249 轴承钢	1.22	GB 1115 铸铁	4.11

附录 B

(提示的附录)

管式炉内燃烧后重量法精密度试验原始数据

表 B1 管式炉内燃烧后重量法精密度试验原始数据

测得值, % (m/m) 实验室	水平									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
1	0.119	0.453	0.655	0.909	1.214	1.414	1.583	2.059	3.144	4.104
	0.123	0.455	0.648	0.912	1.206	1.414	1.588	2.059	3.144	4.094
	0.122	0.450	0.651	0.917	1.206	1.411	1.594	2.064	3.155	4.082
2	0.115	0.456	0.654	0.923	1.214	1.410	1.578	2.067	3.138	4.080
	0.126	0.453	0.658	0.914	1.207	1.422	1.578	2.061	3.145	4.084
	0.120	0.453	0.652	0.920	1.206	1.415	1.574	2.074	3.138	4.087
3	0.132	0.461	0.632	0.909	1.208	1.436	1.574	2.060	3.141	4.139
	0.130	0.462	0.651	0.911	1.207	1.435	1.578	2.060	3.129	4.101
	0.130	0.455	0.635	0.908	1.212	1.431	1.587	2.058	3.149	4.091
4	0.124	0.450	0.660	0.947	1.204	1.430	1.580	2.041	3.089	4.039
	0.126	0.459	0.655	0.969	1.214	1.460	1.570	2.055	3.012	4.023
	0.129	0.453	0.660	0.960	1.202	1.440	1.577	2.036	3.100	3.990

表 B1(完)

测得值, % (m/m) 实验室	水平	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
5		0.109	0.437	0.663	0.901	1.195	1.403	1.577	2.055	3.117	4.099
		0.106	0.450	0.647	0.898	1.195	1.416	1.569	2.049	3.144	4.083
		0.106	0.453	0.649	0.901	1.212	1.427	1.577	2.060	3.084	4.083
6		0.130	0.456	0.652	0.908	1.200	1.454	1.624	2.068	3.100	4.039
		0.131	0.456	0.644	0.914	1.200	1.457	1.624	2.074	3.132	4.055
		0.130	0.464	0.652	0.922	1.203	1.446	1.621	2.074	3.111	4.060
7		0.120	0.464	0.625	0.887	1.206	1.411	1.575	2.022	3.127	4.088
		0.123	0.450	0.639	0.884	1.209	1.414	1.580	2.047	3.138	4.094
		0.126	0.445	0.636	0.903	1.201	1.414	1.569	2.022	3.136	4.102
8		0.131	0.452	0.655	0.917	1.214	1.433	1.598	2.087	3.138	4.148
		0.123	0.458	0.655	0.920	1.214	1.424	1.592	2.069	3.133	4.137
		0.128	0.458	0.658	0.922	1.214	1.424	1.601	2.061	3.138	4.112



GB/T 223.71—1997

版权专有 不得翻印

*

书号: 155066 · 1-14131

定价: 10.00 元

*

标目 319—32