



钢铁及铁合金 化学分析方法标准汇编 (下)



中国标准出版社

钢铁及铁合金化学分析方法 标准汇编 (下)

冶金工业部信息标准研究院标准研究部 编

中国标准出版社

钢铁及铁合金化学分析方法标准汇编 (下)

冶金工业部信息标准研究院标准研究部 编

责任编辑 吴建伟

*

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 27 $\frac{1}{4}$ 字数 870 千字

1998年1月第一版 1998年1月第一次印刷

*

ISBN7-5066-1544-4/TF·054

印数 1—2 000 定价 62.00 元

*

标 目 326—05

前 言

钢铁工业是国民经济的基础工业,它对国民经济其他行业的发展起着十分重要作用。改革开放以来,钢铁工业的迅速发展大大促进了钢铁工业标准工作,而钢铁工业标准化的前进又进一步推动了钢铁工业的发展,二者互为因果,相互促进。

为了深入贯彻落实《中华人民共和国标准化法》,加强钢铁工业标准化工作,提高钢铁产品质量,并满足广大钢铁企业和其他行业对钢铁标准的迫切要求,冶金工业部信息标准研究院标准研究部组织编辑了一套冶金工业系列标准汇编。

这套冶金工业标准汇编汇集了由国家技术监督局和冶金工业部批准发布的现行国家标准、行业标准。这套汇编按照《中国标准文献分类法》的二级类目,将陆续以分册出版发行。各分册的汇编内容如下:

钢铁产品分类、牌号、代号及一般技术条件;

钢坯、型钢及铁道用钢;

钢板及钢带;

钢管及铸钢管;

钢丝及钢丝绳;

生铁、铁合金及其他钢铁产品;

特殊合金;

钢铁及铁合金化学分析方法(上);

钢铁及铁合金化学分析方法(下);

炭素制品及其试验方法;

焦化产品及其试验方法;

矿产品原料及其试验方法;

金属材料物理试验方法(上);

金属材料物理试验方法(下);

耐火材料(上);

耐火材料(下);

冶金机电设备与制造通用技术条件。

这套汇编主要由冶金工业部信息标准研究院标准研究部负责编辑,其中耐火材料(上)、(下)册汇编由全国耐火材料标准化技术委员会负责编辑;冶金机电设备与制造通用技术条件标准汇编由冶金工业部北京冶金设备研究院负责编辑。

本分册为《钢铁及铁合金化学分析方法标准汇编 (下)》共汇集了截止

1997年2月底以前由国家技术监督局和冶金工业部批准发布的现行国家标准81项。本汇编包括的标准由于出版年代不同,采用的格式、符号代号、计量单位乃至名词术语不尽相同,这次汇编时,只对原标准技术内容上的错误做了更正。为方便读者了解现行标准与被代替标准情况,书后附有现行标准与被代替标准对照表。本分册目录中,凡注有标记(*)的标准已改为推荐性标准。

本分册由詹照香、唐一凡、陈自斌、王丽敏等同志负责编辑。

编 者

1997年9月

目 录

钢铁产品分析方法

GB 223.1—81*	钢铁及合金中碳量的测定	3
GB 223.2—81*	钢铁及合金中硫量的测定	32
GB 223.3—88*	钢铁及合金化学分析方法 二安替比林甲烷磷钼酸重量法测定磷量	41
GB 223.4—88*	钢铁及合金化学分析方法 硝酸铵氧化容量法测定锰量	45
GB/T 223.5—1997	钢铁及合金化学分析方法 还原型硅钼酸盐光度法测定酸溶硅含量	50
GB/T 223.6—94	钢铁及合金化学分析方法 中和滴定法测定硼量	56
GB 223.7—81*	合金及铁粉中铁量的测定	60
GB/T 223.8—91	钢铁及合金化学分析方法 氟化钠分离-EDTA 容量法测定铝量	65
GB 223.9—89*	钢铁及合金化学分析方法 铬天青 S 光度法测定铝量	69
GB/T 223.10—91	钢铁及合金化学分析方法 铜 铁试剂分离-铬天青 S 光度法测定铝量	73
GB/T 223.11—91	钢铁及合金化学分析方法 过硫酸铵氧化容量法测定铬量	78
GB/T 223.12—91	钢铁及合金化学分析方法 碳酸钠分离-二苯碳酰二肼光度法测定铬量	85
GB 223.13—89*	钢铁及合金化学分析方法 硫酸亚铁铵容量法测定钒量	89
GB 223.14—89*	钢铁及合金化学分析方法 钽试剂萃取光度法测定钒量	92
GB 223.15—82*	钢铁及合金化学分析方法 重量法测定钛	95
GB/T 223.16—91	钢铁及合金化学分析方法 变色酸光度法测定钛量	100
GB 223.17—89*	钢铁及合金化学分析方法 二安替比林甲烷光度法测定钛量	104
GB/T 223.18—94	钢铁及合金化学分析方法 硫代硫酸钠分离-碘量法测定铜量	107
GB 223.19—89*	钢铁及合金化学分析方法 新亚铜灵-三氯甲烷萃取光度法测定铜	111
GB/T 223.20—94	钢铁及合金化学分析方法 电位滴定测定钴量	114
GB/T 223.21—94	钢铁及合金化学分析方法 5-Cl-PADAB 分光光度法测定钴量	118
GB/T 223.22—94	钢铁及合金化学分析方法 亚硝基 R 盐分光光度法测定钴量	123
GB/T 223.23—94	钢铁及合金化学分析方法 丁二酮肟分光光度法测定镍量	128
GB/T 223.24—94	钢铁及合金化学分析方法 萃取分离-丁二酮肟分光光度法测定镍量	133
GB/T 223.25—94	钢铁及合金化学分析方法 丁二酮肟重量法测定镍量	138
GB 223.26—89*	钢铁及合金化学分析方法 硫氰酸盐直接光度法测定钼量	143
GB/T 223.27—94	钢铁及合金化学分析方法 硫氰酸盐-乙酸丁酯萃取分光光度法测定钼量	147
GB 223.28—89*	钢铁及合金化学分析方法 α -安息香肟重量法测定钼量	152
GB 223.29—84*	钢铁及合金化学分析方法 载体沉淀-二甲酚橙光度法测定铅量	158
GB/T 223.30—94	钢铁及合金化学分析方法 对-溴苦杏仁酸沉淀分离-偶氮胂 III 分光光度法 测定锆量	161
GB/T 223.31—94	钢铁及合金化学分析方法 蒸馏分离-钼蓝分光光度法测定砷量	165
GB/T 223.32—94	钢铁及合金化学分析方法 次磷酸钠还原-碘量法测定砷量	169

注：凡注有(*)标记的标准,已改为推荐性标准。

GB/T 223.33—94	钢铁及合金化学分析方法	萃取分离-偶氮氯膦 mA 光度法测定铈量	174
GB 223.34—84*	钢铁及合金化学分析方法	铁粉中盐酸不溶物的测定	179
GB 223.35—85*	钢铁及合金化学分析方法	脉冲加热惰气熔融库仑滴定法测定氧量	181
GB/T 223.36—94	钢铁及合金化学分析方法	蒸馏分离-中和滴定法测定氮量	185
GB 223.37—89*	钢铁及合金化学分析方法	蒸馏分离-靛酚蓝光度法测定氮量	190
GB 223.38—85*	钢铁及合金化学分析方法	离子交换分离-重量法测定铈量	195
GB/T 223.39—94	钢铁及合金化学分析方法	氯磺酚 S 光度法测定铈量	198
GB 223.40—85*	钢铁及合金化学分析方法	离子交换分离-氯磺酚 S 光度法测定铈量	201
GB 223.41—85*	钢铁及合金化学分析方法	离子交换分离-连苯三酚光度法测定钽量	205
GB 223.42—85*	钢铁及合金化学分析方法	离子交换分离-溴邻苯三酚红光度法测定钽量	209
GB/T 223.43—94	钢铁及合金化学分析方法	钨量的测定	213
GB/T 223.45—94	钢铁及合金化学分析方法	铜试剂分离-二甲苯胺蓝 II 光度法测定镁量	221
GB 223.46—89*	钢铁及合金化学分析方法	火焰原子吸收光谱法测定镁量	225
GB/T 223.47—94	钢铁及合金化学分析方法	载体沉淀-钼蓝光度法测定铈量	229
GB 223.48—85*	钢铁及合金化学分析方法	半二甲酚橙光度法测定铈量	234
GB/T 223.49—94	钢铁及合金化学分析方法	萃取分离-偶氮氯膦 mA 分光光度法测定稀土总量	238
GB/T 223.50—94	钢铁及合金化学分析方法	苯基荧光酮-溴化十六烷基三甲基胺直接光度法测定锡量	242
GB 223.51—87*	钢铁及合金化学分析方法	5-Br-PADAP 光度法测定锌量	246
GB 223.52—87*	钢铁及合金化学分析方法	盐酸羟胺-碘量法测定硒量	250
GB 223.53—87*	钢铁及合金化学分析方法	火焰原子吸收分光光度法测定铜量	253
GB 223.54—87*	钢铁及合金化学分析方法	火焰原子吸收分光光度法测定镍量	256
GB 223.55—87*	钢铁及合金化学分析方法	示波极谱(直接)法测定碲量	259
GB 223.56—87*	钢铁及合金化学分析方法	巯基棉分离-示波极谱法测定碲量	262
GB 223.57—87*	钢铁及合金化学分析方法	萃取分离-吸附催化极谱法测定镉量	266
GB 223.58—87*	钢铁及合金化学分析方法	亚砷酸钠-亚硝酸钠滴定法测定锰量	269
GB 223.59—87*	钢铁及合金化学分析方法	铈磷钼蓝光度法测定磷量	274
GB/T 223.60—1997	钢铁及合金化学分析方法	高氯酸脱水重量法测定硅含量	279
GB 223.61—88*	钢铁及合金化学分析方法	磷钼酸铵容量法测定磷量	285
GB 223.62—88*	钢铁及合金化学分析方法	乙酸丁酯萃取光度法测定磷量	290
GB 223.63—88*	钢铁及合金化学分析方法	高碘酸钠(钾)光度法测定锰量	295
GB 223.64—88*	钢铁及合金化学分析方法	火焰原子吸收光谱法测定锰量	299
GB 223.65—88*	钢铁及合金化学分析方法	火焰原子吸收光谱法测定钴量	302
GB 223.66—89*	钢铁及合金化学分析方法	硫氰酸盐-盐酸氯丙嗪-三氯甲烷萃取光度法测定钨量	305
GB 223.67—89*	钢铁及合金化学分析方法	还原蒸馏-次甲基蓝光度法测定硫量	310
GB/T 223.68—1997	钢铁及合金化学分析方法	管式炉内燃烧后碘酸钾滴定法测定硫含量	315
GB/T 223.69—1997	钢铁及合金化学分析方法	管式炉内燃烧后气体容量法测定碳含量	324
GB 223.70—89*	钢铁及合金化学分析方法	邻菲罗啉分光光度法测定铁量	359
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	363
GB/T 223.72—91	钢铁及合金化学分析方法	氧化铝色层分离-硫酸钡重量法测定硫量	372
GB/T 223.73—91	钢铁及合金化学分析方法	三氯化钛-重铬酸钾容量法测定铁量	376
GB/T 223.74—1997	钢铁及合金化学分析方法	非化合碳量的测定	381

GB/T 223.75—91	钢铁及合金化学分析方法	甲醇蒸馏-姜黄素光度法测定硼量	384
GB/T 223.76—94	钢铁及合金化学分析方法	火焰原子吸收光谱法测定钒量	389
GB/T 223.77—94	钢铁及合金化学分析方法	火焰原子吸收光谱法测定钙量	392
GB 4336—84*	碳素钢和中低合金钢的光电发射光谱分析方法		395
GB 11170—89*	不锈钢的光电发射光谱分析方法		405
GB 11261—89*	高碳铬轴承钢化学分析法	脉冲加热情气熔融红外线吸收法测定氧量	410
GB/T 14203—93	钢铁及合金光电发射光谱分析法通则		414
附录	钢铁及铁合金化学分析方法现行标准与被代替标准对照表		425

钢铁产品分析方法

中华人民共和国

国家标准

钢铁及合金中碳量的测定

GB 223·1—81

代替 GB 223—63

总碳量及石墨碳的测定

总则及一般规定按 GB 1467—78 执行。

一、碱石棉吸收重量法

1. 方法提要

试样置于高温炉中加热并通氧燃烧，使碳氧化成二氧化碳，混合气体经除硫后，以已知重量的内装碱石棉的吸收瓶吸收二氧化碳，称量。由吸收瓶之增重，计算试样中的含碳量。

适用范围：本法适用于生铁、碳钢、合金钢、高温合金、精密合金、铁粉。

测定范围：0.10~5.0%。

2. 试剂与仪器

碱石棉^①：固体(10~20目或20~30目)。

助熔剂^②。

氧气^③。

仪器装置(见图1)。

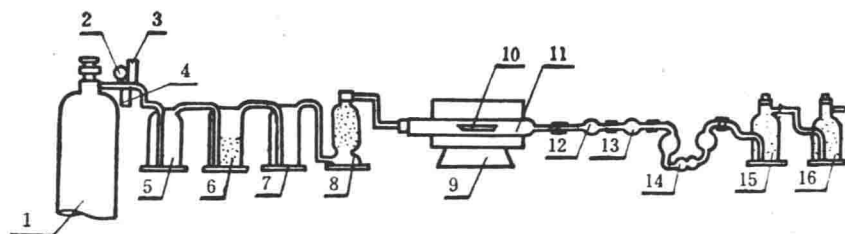


图 1

1—氧气瓶；2—分压表；3—流量计；4—缓冲瓶；5、7—空洗气瓶；6—洗气瓶；
8—干燥塔；9—管式炉；10—瓷舟；11—瓷管；12、13—球形干燥管；14—四联
球；15—水吸收瓶；16—二氧化碳吸收瓶

洗气瓶：3个，其中(5)(7)为空瓶，(6)内盛重铬酸钾—硫酸饱和溶液[称取30克重铬酸钾置于600毫升烧杯中，加30~40毫升水，加热溶解，低温蒸发至近干呈结晶状，加500毫升硫酸(比重1.84)微热使结晶溶解]，装入量约占瓶高度的三分之一。

干燥塔：下层装碱石棉，上层装无水高氯酸镁^④，中间隔以玻璃棉，底部及顶端也铺以玻璃棉。

瓷管：长600毫米，内径23毫米，使用时先检查是否漏气，然后分段灼烧，瓷管两端露出炉外部分长度不小于175毫米，以便燃烧时管端仍是冷却的。

瓷舟：97、88、77毫米均可，使用前须在1000℃高温炉中灼烧1~2小时，冷却后置于盛有碱石棉或碱石灰及无水氯化钙的不涂油的干燥器中备用。

国家标准总局发布

中华人民共和国冶金工业部 提出

1982年3月1日 实施

冶金部钢铁研究总院
上机总、鞍钢起草
内蒙二机

管式炉：附热电偶与温度自动控制器。

球形干燥管：2个，其中（12）装干燥脱脂棉；（13）装颗粒活性二氧化锰，两端塞有脱脂棉。除硫失效时，应重新更换。

四联球（见图2）：内盛重铬酸钾—硫酸饱和溶液（配制方法与洗气瓶中所盛的重铬酸钾—硫酸饱和溶液相同），装入量约为球体积的五分之二。

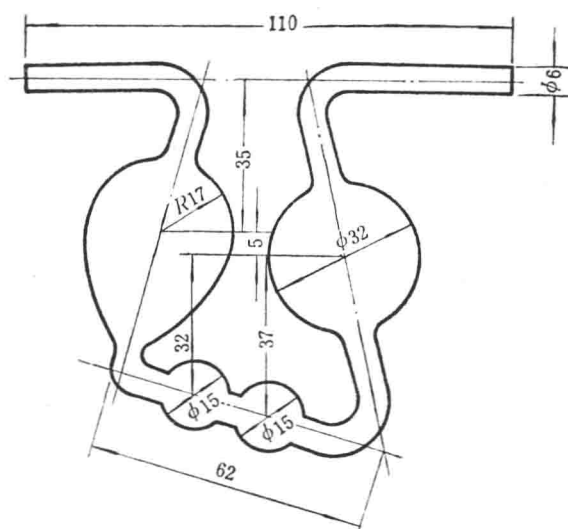


图2 四联球

水吸收瓶（见图3）：内盛五氧化二磷或无水高氯酸镁，上下均匀地铺以玻璃棉。

二氧化碳吸收瓶：内装有碱石棉，底部均匀地铺以玻璃棉，表面铺10~15毫米五氧化二磷或无水高氯酸镁，其总重量不超过100克。

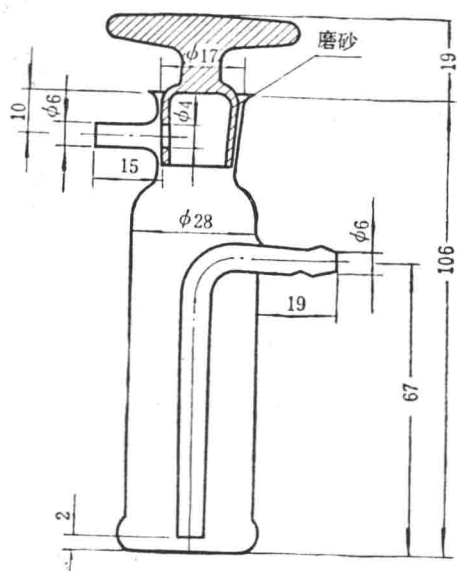


图3 水吸收瓶

长钩：用低碳镍铬丝、耐热合金丝制成，用以推、拉瓷舟。

3. 分析步骤

将炉温升至所需温度（1200~1350℃）后，检查装置是否严密不漏气（将盛有试样的瓷舟置于瓷

管内，塞紧瓷管橡皮塞，观察四联球中重铬酸钾—硫酸饱和溶液是否有回流现象，如有回流，表明仪器装置严密不漏气），接上水吸收瓶和二氧化碳吸收瓶，并顺次转开活塞^⑤，通氧（1000毫升/分）空洗3~5分钟^⑥，关闭氧气和2个吸收瓶的活塞，取下二氧化碳吸收瓶^⑦，置于干燥器中，用长钩将瓷舟拉出，待吸收瓶冷却至室温，称得重量后，装在原处即可进行试样分析^⑧。

称取试样^⑨，置于瓷舟中铺匀，加适量助熔剂^⑩，启开橡皮塞，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秒钟左右^⑪，然后依次转开水吸收瓶及二氧化碳吸收瓶活塞，使这2个吸收瓶和大气相通，立即转开供氧活塞，调节氧气流速（燃烧时通氧1500毫升/分），待试样燃烧完全^⑫，减速通氧（600~1000毫升/分），吸收5分钟左右，关闭氧气和2个吸收瓶的活塞，取下二氧化碳吸收瓶，置于干燥器中，用长钩将瓷舟拉出^⑬，待吸收瓶冷却至室温，称重。

碳的百分含量按下式计算：

$$C(\%) = \frac{(W_2 - W_1) \times 0.2729}{W} \times 100$$

式中： W_1 ——吸收二氧化碳前吸收瓶的重量（克）；

W_2 ——吸收二氧化碳后吸收瓶的重量（克）；

W ——称样量（克）；

0.2729——二氧化碳换算为碳的系数。

注：① 严重吸水和结块的碱石棉不宜作重量法定碳的吸收剂。

② 助熔剂加入量参照表：

加入量 (克)	名称	锡（粒、片）	铜或氧化铜	锡（粒、片）+ 纯 铁粉（1+1）	氧化铜 + 纯铁粉 （1+1）	五氧化二钒 + 纯铁粉 （1+1）
钢种						
生铁、碳钢及中、 低合金钢		0.25~0.5	0.25~0.5	—	—	—
高合金钢、高温合 金、精密合金		—	—	0.25~0.5	0.25~0.5	0.25~0.5

助熔剂中含碳量应不超过0.005%。使用前应作空白值检查，并从分析结果中减去。

- ③ 如氧气质量不好，则将氧气通过550℃氧化铜转化炉处理（即一般管式炉，瓷管中装氧化铜加热至550℃）然后再通过碱石棉净化管。
- ④ 应避免与有机物接触，以防发生爆炸。
- ⑤ 操作时吸收瓶塞孔切勿开错，其塞上的小孔务必对准导出口，否则通氧气后，由于压力的增加，导致吸收瓶活塞蹦出，或使四联球中重铬酸钾溶液发生倒流。严重时不能继续工作，必须将装置和联结用的橡皮管更换，且要用标样检查。
- ⑥ 如系新装碱石棉吸收剂，应通氧20~30分钟，称重后再通氧3~5分钟，并重复1~2次，其前后二次差值，应小于0.4毫克（减轻重量超过此数较大时，说明有失水现象，不能使用）。然后分析二次含碳量较高的试样，吸收称重，再分析标准试样，吸收正常后才可分析试样。
- ⑦ 当吸收瓶中碱石棉变白色的高度将近全部碱石棉高度三分之一时或每10克碱石棉吸收约0.7克二氧化碳时，必须更换新吸收剂。在安装碱石棉吸收瓶时，动作要迅速，否则会很快吸收空气中的二氧化碳和水分。吸收瓶装得好坏对分析结果有很大关系。如果底部玻璃棉铺得均匀，吸收时二氧化碳均匀地上升，吸收效果好，反之效果就差。
- ⑧ 连续分析试样时，可由后一次重量减去前一次重量的差，求得含量。如果分析工作间断20分钟以上，应重新通氧空洗3~5分钟，重新称得吸收瓶重量。碱石棉吸收瓶应严防高温和阳光直接照射，以防失重。

⑨ 称样参照表:

含 量 范 围 (%)	称 样 量 (克)
0.1~0.3	2.000
0.3~2.0	1.000
2.0~3.0	1.000~0.5000
3.0~5.0	0.5000~0.2500

⑩ 预热时注意观察四联球中重铬酸钾溶液近炉管液面上升至近弯管时, 立即通氧气。

⑪ 可以观察四联球中重铬酸钾—硫酸溶液由缓慢跳动转为恒速跳动, 表明试样已燃烧完全。

⑫ 应检查瓷舟, 观察钢样燃烧情况, 如燃烧不好(熔渣不平, 断面有气孔), 需重新称样测定。

二、气体容量法

1. 方法提要

试样置于高温炉中加热并通氧燃烧, 使碳氧化成二氧化碳, 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, 由此计算碳含量。

适用范围: 本法适用于生铁、铁粉、碳钢、合金钢、高温合金及精密合金。

测定范围: 0.10~2.0%。

2. 试剂与仪器

助熔剂^①: 锡粒(或锡片)、铜、氧化铜、五氧化二钒、纯铁粉。

氧气。

仪器^② 装置(见图4)。

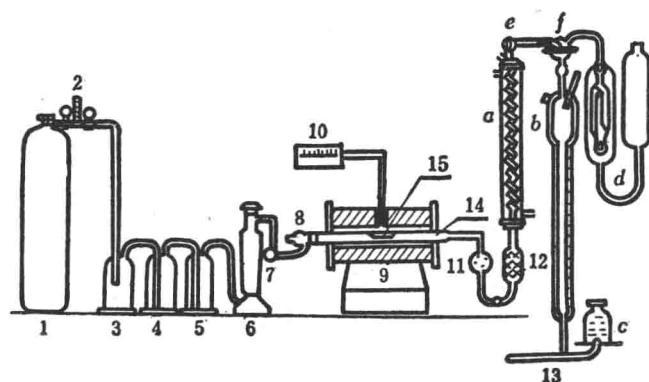


图 4

1—氧气瓶, 2—氧气表, 3—缓冲瓶, 4、5—洗气瓶, 6—干燥塔, 7—供氧活塞, 8—玻璃磨口塞, 9—管式炉, 10—温度自动控制器(或调压器), 11—球形干燥管, 12—除硫管, 13—容量定碳仪
(包括: 蛇形管a、量气管b、水准瓶c、吸收器d、小活塞e、三通活塞f)

氧气表: 附有流量计及缓冲阀。

洗气瓶: 3个, 其中(3)为空瓶。(4)内盛高锰酸钾—氢氧化钾洗液(称取30克氢氧化钾溶于70毫升高锰酸钾饱和溶液中), 装入量约占瓶高度的三分之一。(5)内盛硫酸(比重1.84), 装入量约占瓶高度的三分之一。

干燥塔: 上层装碱石棉(或碱石灰), 下层装无水氯化钙, 中间隔以玻璃棉, 底部及顶端也铺以玻璃棉。

管式炉^③: 附热电偶与温度自动控制器。

球形干燥管: 内装干燥玻璃棉^④。

除硫管：直径10~15毫米、长约100毫米的玻璃管，内装4克颗粒活性二氧化锰（或粒状钒酸银），两端塞有脱脂棉。除硫剂失效时应重新更换^⑤。

容量定碳仪^⑥零件及装置见仪器说明书。

瓷管：长600毫米、内径23毫米（亦可采用相近规格规格的瓷管），使用时先检查是否漏气，然后分段灼烧。瓷管两端露出炉外部分长度不小于175毫米，以便燃烧时管端仍是冷却的。粗口端连接玻璃磨口塞，锥形口端用橡皮管连接于球形干燥管。

瓷舟：长88或97毫米，使用前须在1200℃管式炉中通氧灼烧2~4分钟，也可于1000℃高温炉中灼烧1小时以上，冷却后贮于盛有碱石棉或碱石灰及无水氯化钙的未涂油脂的干燥器中备用。

长钩：用低碳镍铬丝、耐热合金丝制成，用以推、拉瓷舟。

3. 分析步骤

将炉温升至1200~1350℃^⑦，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^⑧。

称取试样（含碳1.5%以下称0.5000~2.000克，1.5%以上称0.2000~0.5000克）置于瓷舟中，覆盖适量助熔剂^①，启开玻璃磨口塞（8），将瓷舟放入瓷管内，用长钩推至高温处，立即塞紧磨口塞，预热1分钟，根据定碳仪操作规程操作，测定其读数（体积或含量）。启开磨口塞，用长钩将瓷舟拉出^⑨，即可进行下一个试样分析^⑩。

碳的百分含量按下式计算^⑪：

（1）当标尺的刻度是体积（毫升）时：

$$C(\%) = \frac{A \times V \times f}{W} \times 100$$

式中：A——温度16℃、气压1013毫巴，封闭液面上每毫升二氧化碳中含碳重量（克）。用酸性水作封闭液时A值为0.0005000克。用氯化钠酸性溶液作封闭液时A值为0.0005022克；

V——吸收前与吸收后气体的体积差，即二氧化碳体积（毫升）；

f——温度、气压修正系数，采用不同封闭液时其值不同，见附录表1及表2；

W——称样量（克）。

（2）当标尺的刻度是碳含量（例如上海产的定碳仪把25毫升体积刻成含碳量为1.250%；沈阳产的定碳仪把30毫升体积刻成含碳量为1.500%）时：

$$C(\%) = \frac{A \times X \times 20 \times f}{W} \times 100$$

式中：A、f、W——代表的意义与上式相同；

X——标尺读数（含碳量）；

20——标尺读数（含碳量）换算成二氧化碳气体体积（毫升）的系数（即 $\frac{25}{1.250}$ 或 $\frac{30}{1.500}$ ）。

注：① 助熔剂中含碳量一般不超过0.005%，使用前应作空白试验，并从分析结果中扣除。助熔剂加入量见碱石棉吸收重量法中注②。

② 定碳仪应装置在室温较正常的地方（距离高温炉约300~500毫米），避免阳光直接照射。

③ 高温加热设备也可用高频加热装置。

④ 更换水准瓶所盛溶液、玻璃棉、除硫剂、氢氧化钾溶液后，均应做几次高碳试样，使二氧化碳饱和后，方能进行操作。

⑤ 如分析含硫量高的试样（0.2%以上），应增加除硫剂量，或多增加一个除硫管。

⑥ 可用沈阳玻璃仪器厂或上海玻璃仪器厂生产的定碳仪。

量气管必须保持清洁，有水滴附着量气管内壁时，须用重铬酸钾洗液洗涤。

量气管中装酸性水（于1000毫升硫酸（1+1000）中加数滴0.1%甲基橙溶液，使溶液呈淡红色，混

匀]或氯化钠酸性溶液〔称取26克氯化钠溶于74毫升水中,加数滴0.1%甲基橙溶液,加硫酸(比重1.84)至淡红色〕。

- ⑦ 碳钢、低合金钢 1200°C, 难熔合金 1350°C。
- ⑧ 吸收器及水准瓶内溶液的温度以及混合气体的温度,三者应基本相同,否则将产生正、负空白值。因此在测定前应通氧气重复做空白数次直至空白值稳定,方可进行试样分析。由于室温变化及工作过程引起冷凝管中水温变动,因此工作中须经常测空白,从结果中扣除。
- ⑨ 观察试样是否燃烧完全,如燃烧不完全须重新分析。
- ⑩ 如分析完高碳试样后,应空通一次,才能接着作低碳试样的分析。
- ⑪ 采用水银气压计时,气压值按下式校正。

$$P = P'(1 - 0.000163t - 0.0026\cos 2\varphi - 0.0000002H)$$

式中: P ——校正后的气压值(毫巴);

P' ——水银气压计测得的气压值(毫巴);

t ——水银气压计所在处温度(°C);

φ ——水银气压计所在处纬度(度);

H ——水银气压计所在处海拔高度(米)。

三、游离碳测定法

1. 方法提要

试样经酸溶解后,滤取游离碳,经碱洗、酸洗、水洗并烘干后,根据游离碳含量选择适当的测定方法测定游离碳。

适用范围: 本法适用于生铁、碳钢。

测定范围: 0.03~5.0%。

2. 试剂与仪器

酸洗石棉: 经 1000°C 高温通氧处理后备用。

氢氟酸(比重 1.15)。

硝酸(1+1)。

盐酸(5+95)。

氢氧化钠溶液(5%)。

硝酸银溶液(1%): 称取 1 克硝酸银溶于 100 毫升硝酸(1+100)中。

古氏坩埚(20 毫升)。

瓷舟: 长 97 毫米,需在 1000°C 高温炉中灼烧 1 小时以上,冷却,贮于盛有碱石棉或碱石灰及无水氯化钙不涂油的干燥器中备用。

3. 分析步骤

称取试样^①(随同试样做试剂空白)置于 250 毫升烧杯中,加硝酸(1+1)^①,立即盖上表面皿,如溶解反应激烈,则将烧杯置于冷水浴中,溶解将近完毕时^②,用水冲洗并移去表面皿,加 1~2 毫升氢氟酸(比重 1.15),加热溶解后煮沸 5 分钟,加 100 毫升热水,再煮沸 10 分钟。

趁热用已铺好酸洗石棉的古氏坩埚减压过滤,先将上层的澄清液注于石棉滤层上,再将烧杯中的游离碳用热水以倾泻法洗涤 5~6 次,然后将所有的游离碳全部移至石棉滤层上,停止抽气。加 10 毫升 5% 氢氧化钠溶液,保持 4~5 分钟后再抽滤,用盐酸(5+95)洗 5~6 次,然后用热水洗涤游离碳及石棉滤层至无氯离子为止(可收集 2 毫升滤液于试管中,加 1 滴 1% 硝酸银溶液检查)。

取下古氏坩埚,将石棉层及游离碳全部移至瓷舟内(附着于坩埚壁上的游离碳,可用小块石棉以玻璃棒或镊子将其擦出)。将瓷舟置于 120~140°C 烘箱中干燥 30~45 分钟,取出,根据游离碳含量,选择重量或容量法(燃烧温度控制在 1000°C)进行测定。减去试剂空白值后,计算游离碳的百分含量。

注：① 生铁及铸铁试样的称取，应按下法进行：将钻取的试样 100 克，经 60 目筛及 100 目筛筛分（筛分时 必须盖紧，避免石墨损失），使分为粗、中、细三部分，然后按三部分所占重量比例，称取相应的试样。称取试样及加入试剂参照表：

含 量 范 围 (%)	称 样 量 (克)	加硝酸 (1+1) (毫升)
0.03~0.05	7.000	80
0.05~0.2	4.000	60
0.2~0.5	2.000	40
0.5~1.0	1.000	30
1.0~3.0	0.3000	20
3.0~5.0	0.2000	20

对于片状或块状试样，硝酸 (1+1) 用量可按上表再补加 50% 的量。例如称取 2 克试样，加 40 毫升硝酸 (1+1)，如块样则应增加至 60 毫升。

② 对粒度较大的试样，如较厚的片样或块样，应经常用平头玻璃棒将粒状物碾碎。

四、碳 量 允 许 差

含 碳 量 (%)	允 许 差 (%)
0.0300~0.0500	0.0050
0.051~0.100	0.010
0.101~0.250	0.015
0.251~0.500	0.020
0.501~1.000	0.025
1.001~2.000	0.035
2.001~3.000	0.045
3.01~4.00	0.05
4.00以上	0.07

此允许差仅为保证与判定分析结果的准确度而设，与其他部门不发生任何关系。在平行分析二份或二份以上试样时，所得之分析数据的极差值不超过所载允许差两倍者（即 $\pm$ 允许差以内），均应认为有效，以求得平均值。

用标准试样校验时，结果偏差不得超过所载允许差。

注：自本标准实施之日起 YB 35(2)—78 中气体容量法、碱石棉吸收重量法、游离碳 (0.03~4.0%) 及 YB 945(6)—78 中气体容量法 (0.1~0.2%) 作废。