

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T ***.3—202X

银镍石墨化学分析方法
第3部分 总碳含量的测定
气体容量法

Chemical Analysis Methods of Silver Nickel Graphite
Part 3 Determination of Total Carbon Content
Gasometric Method and Gravimetric Method
(征求意见稿)

202X-XX-XX 发布

202X-XX-XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。请注意本文件的某些内容可能涉及专利，本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

YS/T ***《银镍石墨化学分析方法》分为3个部分：

第1部分：银含量的测定 氯化钠电位滴定法；

第2部分：镍含量的测定 丁二酮肟沉淀分离-EDTA络合滴定法；

第3部分：总碳含量的测定 气体容量法。

本文件为YS/T ***的第3部分。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)提出并归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

本文件为首次制定发布。

银镍石墨化学分析方法

第 3 部分 总碳含量的测定

气体容量法

警示：使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件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

本标准规定了银镍石墨中总碳含量的测定方法。
本标准适用于银镍石墨中总碳含量的测定，测定范围为：1.00%~6.00%。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 223.69-2008 钢铁及合金 碳含量的测定 管式炉内燃烧后气体容量法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试样在高温(1200℃~1350℃)管式炉内通氧燃烧，碳被完全氧化生成二氧化碳。除去二氧化硫后将混合气体收集于量气管中，测量其体积。然后以氢氧化钾溶液吸收二氧化碳，再测量剩余气体的体积。吸收前后气体体积之差即为二氧化碳之体积，以其计算碳含量。

5 试剂或材料

5.1 氧，纯度不低于 99.9%。若怀疑氧中含有机杂质，则必须在氧净化装置之前增加一只加热温度至 450℃ 以上的氧化催化剂[氧化铜(II)或铂]管予以处理。

5.2 硫酸(ρ 1.84g/mL)。

5.3 硫酸(1+1)。

5.4 无水氯化钙。

5.5 碱石棉(粒状)或者玻璃棉。

5.6 氢氧化钾溶液(400g/L)。

5.7 甲基橙溶液(1g/L)。

5.8 硫酸封闭溶液：在 1000 mL 水中加 1mL 硫酸(5.2)，滴加数滴甲基橙溶液(5.7)，至呈稳定的浅红色。

5.9 氧化钠封闭溶液：取 800mL 氯化钠溶液(260g/L)，滴加数滴甲基橙溶液(5.7)，用硫酸(5.3)调节溶液至呈稳定的浅红色。

5.10 氢氧化钾-高锰酸钾洗液：取 30 克氢氧化钾溶于 70 mL 饱和高锰酸钾溶液中，混匀。

5.11 钒酸银：称取 11.7g 偏钒酸铵溶于 400 mL 热水中。另取 17g 硝酸银溶于 200mL 水中。将硝酸银溶液徐徐倒入偏钒酸铵溶液中，搅拌，产生黄色沉淀，用玻璃坩埚抽滤，用水洗涤沉淀至溶液无银离子存在。于干燥箱中 110℃ 烘干，研成粒状，筛取 0.42mm~0.84 mm 的细粒备用。

5.12 纯铁助溶剂(碳含量小于 0.0050%)。

5.13 混合助溶剂(纯铁+纯锡 1+1，碳含量小于 0.0050%)。

6 仪器设备

6.1 氧净化装置（见图1）。

6.1.1 缓冲瓶。

6.1.2 洗气瓶（I）。

6.1.3 洗气瓶（II）。

6.1.4 干燥塔。

6.2 管式炉（见图1）。

6.3 氧化铝瓷舟：长 88 或 95mm（见图1）。

6.4 氧化铝瓷管：长 600mm，内径 20mm（见图1）。

6.5 瓷舟钩：用低碳合金钢丝制作，用以推拉瓷舟用。

6.6 干燥管（见图1）。

6.7 除硫管（见图1）。

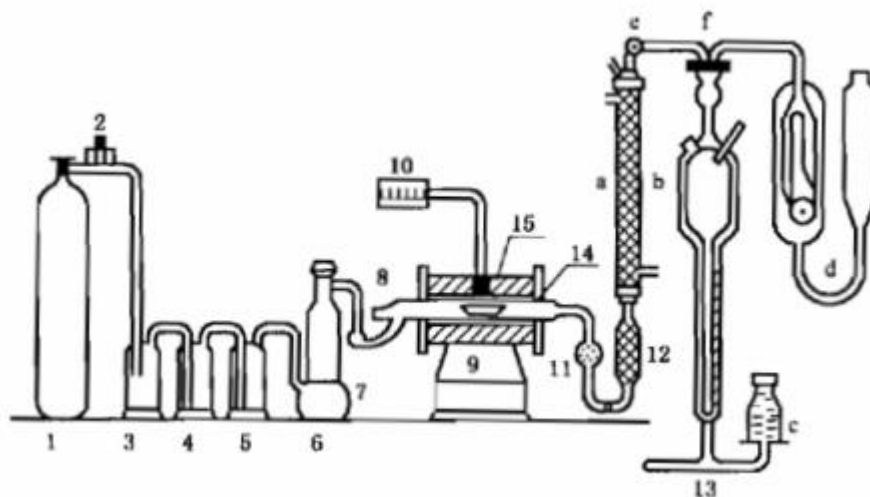
6.8 定碳仪（气体体积测量仪）。

量气管中装硫酸封闭溶液（5.8）或氯化钠封闭溶液（5.9）。

定碳仪应装置在距离管式炉 300 mm~500 mm 的地方并避免阳光直接照射。量气管必须保持清洁，有水滴附着在气管内壁时，须用铬酸洗液清洗。

6.9 空盒气压表。

6.10 温度计。



- 1——氧瓶；
- 2——分压表(带流量计和缓冲阀)；
- 3——缓冲瓶；
- 4——洗气瓶Ⅰ；
- 5——洗气瓶Ⅱ；
- 6——干燥塔；
- 7——供氧活塞；
- 8——玻璃磨口塞；
- 9——管式炉；
- 10——温度控制器(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)；
- 14——瓷管；
- 15——瓷舟。

图 1 仪器与设备图

7 试验步骤

7.1 试料

称取试样量见表 1，称样量精确至 0.0001g，助溶剂精确至 0.01g。

表 1 称样量

碳含量 /%	称样量 m /g	助溶剂 /g
$1.0 \leq C < 2.00$	0.5	纯铁: 0.5 或混合: 0.5
$2.00 \leq C \leq 3.00$	0.3	纯铁: 0.5 或混合: 0.5
$3.00 < C \leq 6.00$	0.15	纯铁: 0.5 或混合: 0.5

7.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

7.3 空白试验

随同试料 (7.1) 做空白试验。

7.4 校正试验

将定碳炉升温至 1250℃，检查管路是否漏气，装置是否正常，燃烧碳含量与试样相近的标准试样检验仪器及操作。

7.5 测定

7.5.1 将试料 (7.1) 置于瓷舟 (6.2) 内，用瓷舟钩 (6.4) 推入瓷管 (6.3) 中温度最高处，立即塞紧橡皮塞。预热 75s 以上，以下按定碳仪操作规程操作，读取读数(碳含量)。

7.5.2 启开橡皮塞，用瓷舟钩 (6.4) 拉出瓷舟，即可进行下一个试样的分析。

8 试验数据处理

碳的百分含量（以 ω_x 表示）按式(1)计算：

$$\omega_x = \frac{A \times X \times Z \times f}{m} \times 100 \dots \dots \dots (1)$$

式中：A——温度 16℃，气压 101.3 kPa, 封闭液面上每毫升二氧化碳中含碳质量(g)。用酸性水作封闭液时，A 值为 0.0005000g。用氯化钠酸性溶液作封闭液时，A 值为 0.0005022 g；

X——标尺读数（碳含量）；

Z——标尺读数（碳含量）换算成二氧化碳气体体积（mL）的系数（30/1.500）；

f——温度、气压修正系数，采用不同封闭液时其值不同，参见 GB/T 223.69-2008 附录 A

m——试样样的质量。

计算结果表示到小数点后两位，数值修约按 GB/T 8170 规定执行。

9 精密度

9.1 重复性

在重复性条件下获得的两次测试结果的测定值。在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限（r），超过重复性限（r）的情况不超过 5%，重复性限（r）按表 3 数据采用线性内插法求得：

表 3 重复性限

总碳的百分含量 /%	r /%

9.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于再现性（R），超过再现性（R）的情况不超过 5%。再现性限（R）按表 4 数据采用线性内插法或外延法求得：

表 4 再现性限

总碳的百分含量 /%	R /%

10 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- 试样；
- 使用的标准；
- 使用的方法；

- 分析结果及其表示；
- 与基本分析步骤的差异；
- 测定中观察到的异常现象；
- 试验日期。