

ICS 77.160

CCS H 16



中华人民共和国国家标准

GB/T 5124.2-20XX

代替 GB/T 5124.2-2008

硬质合金化学分析方法 第2部分 不溶(游离)碳量的测定 重量法和气体容量法

Methods for chemical analysis of hardmetals

Part 2: Determination of insoluble (free) carbon content

Gravimetric methods and gas volumetric method

(ISO 3908: 2009, Hardmetals Determination of insoluble (free)
carbon content, NEQ)

(送审稿)

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会

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。

本文件为 GB/T 5124《硬质合金化学分析方法》的第2部分，GB/T 5124分为六个部分：

GB/T 5124.1 硬质合金化学分析方法 第1部分 总碳量的测定 重量法和气体容量法

GB/T 5124.2 硬质合金化学分析方法 第2部分 不溶(游离)碳量的测定 重量法和气体容量法

GB/T 5124.3 硬质合金化学分析方法 第3部分 钴量的测定 电位滴定法

GB/T 5124.4 硬质合金化学分析方法 第4部分 钛量的测定 过氧化氢分光光度法

GB/T 5124.5 硬质合金化学分析方法 第5部分：钽、铌量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

GB/T 5124.6 硬质合金化学分析方法 第6部分：钴、镍、铁、锰、钛、钒、钼、铬量的测定 火焰原子吸收光谱法

本文件参考 ISO 3908:2009《硬质合金 不溶(游离)碳量的测定 重量法》起草，一致性程度为非等效采用。

本文件代替 GB/T 5124.2-2008《硬质合金化学分析方法 不溶(游离)碳量的测定 重量法》，与 GB/T 5124.2-2008 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

a) 更改了“范围”（见第1章，2008年版的第1章）；

b) 增加了“气体容量法”（见4.2）；

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。

本文件由中国有色金属工业协会提出。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC243）提出并归口。

本文件起草单位：株洲硬质合金集团有限公司、自贡硬质合金有限责任公司、南昌硬质合金有限责任公司、厦门金鹭特种合金有限公司、湖南柿竹园有色金属有限责任公司郴州钨制品分公司、中南大学、贵州省分析测试研究院、湖北绿钨资源循环有限公司、赣州海盛钨业股份有限公司。

本文件主要起草人：

本文件所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 5124.2-1985、GB/T 5124.2-2008。

硬质合金化学分析方法

第2部分 不溶(游离)碳量的测定 重量法和气体容量法

1 范围

本文件规定了碳化物和硬质合金中的不溶(游离)碳量的测定方法。

本文件适用于碳化物和硬质合金中不溶(游离)碳量的测定(碳化铬除外)。重量法测定范围:0.02%~0.50%。气体容量法测定范围:0.02%~1.20%。

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。其中,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 5124.1 硬质合金化学分析方法 总碳量的测定

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 不溶(游离)碳量测定

4.1 重量法

4.1.1 原理

试样用硝酸-氢氟酸分解,游离碳不被溶解。用酸洗石棉垫(或特种陶瓷坩埚)过滤,以热水将酸洗净,游离碳与化合碳分离,用重量法测定不溶(游离)碳量。

4.1.2 试剂或材料

4.1.2.1 硝酸($\rho=1.20\text{ g/mL}$):加2000 mL硝酸($\rho=1.42\text{ g/mL}$)于3000 mL水中。

4.1.2.2 氢氟酸($\rho=1.15\text{ g/mL}$)。

4.1.2.3 酸洗石棉:使用前在800℃的马弗炉内灼烧8 h,取出冷却后储于不涂油的干燥器内备用(如使用特种陶瓷过滤坩埚需作同样的处理)。

4.1.2.4 瓷舟:由耐火材料制成,长80 mm~100 mm,宽12 mm~14 mm,深8 mm~9 mm。预先在试验温度下,于氧气流中处理10 min,或在800℃~1000℃下灼烧8 h。经过预处理的舟皿要保存在干燥器中,干燥器的磨口表面和盖子不涂润滑脂;

4.1.2.5 瓷管:由无孔的耐火材料制成,管子内径为18 mm~30 mm,长度至少为650 mm,以使操作过程中燃烧管末端温度不超过60℃;

4.1.3 仪器与设备

4.1.3.1 在 GB/T 5124.1 中所规定的仪器。

4.1.3.2 铂皿:容量为 200mL。

4.1.3.3 过滤装置:陶瓷过滤装置或装有难熔纤维垫或难熔粉末的古氏坩埚。

4.1.3.4 真空过滤装置。

4.1.3.5 管式电炉:最高使用温度可达 1300 ℃。

4.1.4 样品

试样能通过 180 μm 的筛子。

4.1.5 分析步骤

4.1.5.1 试料

称取试料约 2.5g, 精确至 0.01g。

4.1.5.2 平行实验

取二份或三份试样进行分析。

4.1.5.3 溶样

把试料(4.1.5.1)置于铂皿(4.1.3.2)中,用少量水润湿试料,加入约 15 mL 氢氟酸(4.1.2.2),然后缓慢加入约 8 mL 硝酸(4.1.2.1),并将铂皿置于 100 ℃的水浴上加热约 1 h,(加热过程中可补加氢氟酸和硝酸)。待试料完全溶解后,取下,向铂金皿壁吹适量水,冷却。

注:氢氟酸和硝酸都是危险的化学品,避免与这些酸直接接触或吸入它们的蒸汽。使用这些酸时在通风良好的通风柜中进行。

4.1.5.4 古氏坩埚的准备

把陶瓷过滤器(4.1.3.3)装入坩埚中。

如果使用难熔材料酸洗石棉(4.1.2.3),把它装入坩埚深度约为 8 mm~10 mm,并把它向下压紧,以使残渣能够留在难熔材料上面,同时过滤又不会太慢为宜。

4.1.5.5 过滤

过滤之前,加入一定的水以防止钨酸沉淀。通过过滤装置(4.1.3.3)过滤铂皿中的物质(见 4.1.5.3)。用少量的水清洗铂皿二次。确信所有碳粒都被转入过滤装置。再用水冲洗铂皿二次以上,然后用水清洗过滤装置,使之无酸(通常需要约 500mL 水)。

从古氏坩埚取出湿的过滤装置,并把它装入瓷舟(4.1.2.4)中,在 110 ℃下烘 1.5 h 或在 250 ℃下烘 40 min。

4.1.5.6 空白试验

随同试料进行空白试验。

4.1.5.7 测定

在氧气流中燃烧过滤装置(4.1.3.3),瓷管(4.1.2.5)内的温度约 1200 ℃。(见 GB/T 5124.1 的 4.1.5.5 和 4.1.5.6)。

4.1.6 试验数据处理

4.1.6.1 不溶（游离）碳含量按公式计算，以质量分数表示 ω_c

$$\omega_c = \frac{0.2729 \times (m_2 - m_1)}{m_0} \times 100$$

式中：

m_0 ——试料量，单位为克(g)；

m_1 ——空白试验测得的二氧化碳量，单位为克(g)；

m_2 ——燃烧试样测得的二氧化碳量，单位为克(g)；

0.2729——二氧化碳换算为碳的系数。

4.1.6.2 以合格测定值的算术平均值为最终报告，精确至 0.01%（质量分数）。

4.1.7 精密度

4.1.7.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限（r），见表1。

4.1.7.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限（R），见表1。

表1 重复性限和再现性限

不溶（游离）碳量(质量分数)/%	重复性限（r）(质量分数)/%	再现性限（R）(质量分数)/%
0.02~0.1	0.02	0.03
>0.1~0.5	0.04	0.05

4.2 气体容量法

4.2.1 原理

试样用硝酸—氢氟酸分解，游离碳不被溶解。用酸洗石棉垫（或特种陶瓷坩埚）过滤，以热水将酸洗净，游离碳与化合碳分离，以气体容量法测定不溶（游离）碳量。

4.2.2 试剂与材料

4.2.2.1 硝酸（ $\rho=1.42$ g/mL）。

4.2.2.2 氢氟酸（ $\rho=1.15$ g/mL）。

4.2.2.3 酸洗石棉：使用前在 800℃ 的马弗炉内灼烧 8 h，取出冷却后储于不涂油的干燥器内备用（如使用特种陶瓷过滤坩埚需作同样的处理）。

4.2.2.4 瓷舟：由耐火材料制成，长 80 mm~100 mm，宽 12 mm~14 mm，深 8 mm~9 mm。预先在试验温度下，于氧气流中处理 10 min，或在 800℃~1000℃ 下灼烧 8h。经过预处理的舟皿要保存在干燥器中，干燥器的磨口表面和盖子不涂润滑脂；

4.2.2.5 瓷管:由无孔的耐火材料制成,管子内径为18 mm~30 mm,长度至少为650 mm,以使操作过程中燃烧管末端温度不超过60℃;

4.2.2.6 氢氧化钾溶液 500g/L (该浓度为最低配制浓度):2000 mL 烧杯中加入500 mL 水和500 g 氢氧化钾,搅拌使之溶解,冷却后以水稀至1000 mL,如溶液中有沉淀,需经过滤后使用。

4.2.2.7 氧气:纯度大于99% (体积分数)。

4.2.2.8 封闭液:在1000 mL 烧杯中加入800mL 水,12 mL 浓硫酸 ($\rho=1.84$ g/mL) 和5 g 纯钴粉,置于电炉上加热,钴粉全部溶解后,取下冷却,过滤。

4.2.2.9 有证碳标准样品或基准物质。

4.2.3 仪器和设备

4.2.3.1 定碳仪

4.2.3.2 铂金皿:容积不小于100 mL。

4.2.3.3 铂金抽滤坩埚:容积不小于30 mL (或用特种陶瓷过滤坩埚)。

4.2.3.4 自动排液抽滤装置 (塑料材质)。

4.2.3.5 管式电炉:最高使用温度可达1300 ℃。

4.2.3.6 水银气压计或盒式气压计。

4.2.4 样品

试样能通过180 μm 的筛子。

4.2.5 分析步骤

警告: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使用镊子并用适宜的容器盛放。操作盛氧钢瓶应有正规的预防措施。由于狭窄空间中存在高浓度氧时有引发火灾的危险,应将燃烧过程的氧有效地从设备中排出。

4.2.5.1 试料

称取试料0.5 g~1 g,并精确至0.0001 g。

4.2.5.2 平行实验

称取两份试料进行测定,取平均值。

4.2.5.3 空白试验

随同试料进行空白试验。

4.2.5.4 验证试验

在测定试料之前,应测定有证碳标准样品或基准物质(4.2.2.9),所得结果在标准样品的不确定度范围内,以检查测量系统是否处于正常状态。操作步骤按(4.2.5.5)进行。

4.2.5.5 测定

4.2.5.5.1 将试料(4.2.5.1)置入铂金皿中,用少量水润湿试料,加入约15 mL 氢氟酸(4.2.2.2),然后缓慢加入约8 mL 硝酸(4.2.2.1),将铂金皿置于100 ℃的水浴上加热溶解(溶解过程中可适当补加氢氟酸和硝酸)。待试料完全溶解后,取下,向铂金皿壁吹适量水,冷却。

4.2.5.5.2 过滤:把铂金皿内的试液和游离碳全部转移至事先垫好酸洗石棉(4.2.2.3)的铂金抽滤坩埚内(亦可用特种陶瓷坩埚代替铂金抽滤坩埚),边转移边抽滤,用水洗铂金皿三次,洗涤酸洗石棉垫十次(每次洗水不少于10 mL)。

4.2.5.5.3 抽干后,取下过滤坩埚,将坩埚中的酸洗石棉(4.2.2.3)和游离碳全部转移至瓷舟(4.2.2.4)内,将瓷舟置于 110 °C 下烘 1.5 h 或在 250 °C 下烘 40 min。

4.2.5.5.4 将管式炉升至 1200 °C~1250 °C,连接好气路系统,接通氧气,检查系统是否漏气。

4.2.5.5.5 将烘干的瓷舟(4.2.2.4)推入瓷管高温区,接通氧气,同时调节氧气流速,以 120 s±15 s 内封闭液达到量气管下端零点为宜。当量气管封闭液降至零点时,立即切断氧气,将量气管内的气体压入吸收器,吸收二次,稍停 45 s~60 s,读数,记下量气管上的读数。

4.2.6 试验数据的处理

4.2.6.1 不溶(游离)碳含量按公式计算,以质量分数表示 ω_c

$$\omega_c = \frac{(A - A_0) \times f}{m}$$

式中:

A ——测定试料时在量气管上读取的刻度数(此“刻度数”为测量温度在 16 °C,气压为 1013.25 hPa,称料量为 1 g 时,碳的质量分数);

A_0 ——测定空白时在量气管上读取的刻度数;

m ——试料量,单位为克(g);

f ——温度、气压校正系数;(见 GB/T 5124.1 资料性附录 A)

4.2.6.2 以合格测定值的算术平均值为最终报告,精确至 0.01 %(质量分数)。

4.2.7 精密度

4.2.7.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),重复性限(r)按表 2 数据采用线性内插法或外延法求得,见表 2。

4.2.7.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限(R),再现性限(R)按表 2 数据采用线性内插法或外延法求得,见表 2。

表 2 重复性限和再现性限

不溶(游离)碳量/%(质量分数)	重复性限(r) /%(质量分数)	再现性限(R) /%(质量分数)
0.05	0.01	0.02
0.12	0.02	0.03
0.59	0.04	0.05

5 试验报告

试验报告应至少包括以下内容:

——试验对象;

——本文件编号;

——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。

——其他与本文件规定步骤的差异或本文件中未规定的要求。
