

前 言

本标准是根据我国二硼化钛粉末生产和使用情况,以及多年来积累的分析经验,在大量试验的基础上编制而成。本标准采用了高频感应加热红外能吸收方法测定碳含量。

本标准遵守:

GB/T 1.4—1988 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB/T 1467—1978 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

本标准由国家有色金属工业标准计量质量研究所提出。

本标准主要由中南工业大学粉末冶金研究所负责起草。

本标准主要起草人:奉冬文、刘若鸣、肖彩林、廖寄乔。

中华人民共和国有色金属行业标准

二硼化钛粉末化学分析方法 碳量的测定

YS/T 424.4-2000

Methods for chemical analysis of titanium diboride
powder—Determination of carbon content

1 范围

本标准规定了二硼化钛中碳的分析方法。

本标准适用于二硼化钛中碳含量的测定。测定范围：0.001%~4.00%。

2 方法原理

在助熔剂存在下，在高频感应炉内通入氧气流，使试料在高温下燃烧，碳生成二氧化碳气体进入红外吸收池，仪器自动测量其对红外能的吸收值后，计算并显示结果。

3 试剂和材料

3.1 净化剂和催化剂

3.1.1 无水过氯酸镁；

3.1.2 烧碱石棉；

3.1.3 玻璃棉；

3.1.4 脱脂棉；

3.1.5 镀铂硅胶。

3.2 助熔剂：高纯钨、锡、铁混合助熔剂。

3.3 坩埚：陶瓷坩埚（直径 25 mm×25 mm），使用前应在大于 1100℃氧气流中灼烧 1~1.5 h，取出置于干燥器内冷却备用（两天内有效）。

3.4 标准样品：含碳量 0.030%~4.00%。

4 仪器

高频红外气体分析仪。

仪器工作条件参见附录 A。

高频炉功率：1.0 kW~2.5 kW。

频率：6.0 MHz。

检测器灵敏度：0.1 μg/g。

5 分析步骤

5.1 试料

称取 1.000 g 试样，精确至 0.001 g。

国家有色金属工业局 2000-03-29 批准

2000-10-01 实施

独立地进行3次测定,取其平均值。

5.2 空白试料

随同试料做空白试验。

5.3 测定

5.3.1 仪器准备

按附录A确定的工作条件,及仪器说明书准备好仪器待用。

5.3.2 仪器的稳定性

通过燃烧几个样品来调整和稳定仪器;仪器通氧循环分析几次,再将空白调整至零。

5.3.3 仪器的校正

称取1g(精确至0.0001g)标准钢样(3.4)置于坩埚(3.3)中,加入助熔剂(3.2);将坩埚放到炉子支座上,升到燃烧位置,按仪器说明书中“自动”校正步骤进行操作,重复做3~5个钢样,选择重现性较好的三个结果作修正值,对仪器修正后,再做一个标样,确认分析结果在误差范围之内。

5.3.4 空白的校正

称取1g(精确至0.0001g)标准钢样于(3.4)坩埚(3.3)中,加入约1g助熔剂(3.2);将坩埚放到炉子的支座上,升到燃烧位置,按仪器说明书中“自动”校正空白步骤进行操作,重复做3~5个钢样,得到一个重现性较好的平均结果,通过“自动”校正空白的方式扣除标准钢样中碳的百分含量,得到的空白值贮存于计算机中;在空白值确定后,按步骤5.3再重复一次标准钢样的测定,使测定结果稳定在误差范围内,再选择一个与被测试样含碳量相当的标样复验。

5.3.5 将试料(5.1)置于坩埚(3.3)中,加入助熔剂(3.2)。

5.3.6 将坩埚放到炉子的支座上,升至燃烧位置,按仪器说明书中“自动”分析步骤操作,仪器自动扣除空白值后显示并打印出碳的百分含量。

6 分析结果的表述

碳的百分含量由计算机自动算出。

所得结果应表示至二位小数。若碳含量小于0.10%时,表示至三位小数;小于0.010%时,表示至四位小数。

7 允许差

实验室间分析结果的差值应不大于表1所列允许差。

表1

%

碳含量	允许差
0.0010~0.0090	0.0007
>0.009~0.035	0.002
>0.035~0.150	0.003
>0.15~0.95	0.01
>0.95~4.00	0.02

附录 A

(提示的附录)

LECO CS-444 高频感应红外吸收碳硫分析仪器工作条件

载气 氧气(%)	输入氧气压力 MPa	系统气体压力 MPa	动力气流量 L/min	氧气流量 L/min	分析时间 s
99.5	0.35~0.40	0.35~0.40	1	300	40