

UDC 546.831.062
H 14



中华人民共和国国家标准

GB/T 13747.24—92

锆及锆合金化学分析方法 库仑法测定碳量

Zirconium and zirconium alloys—Determination of carbon
content—Combustion coulometric method

1992-11-05 发布

1993-06-01 实施

国家技术监督局 发布

中华人民共和国国家标准

锆及锆合金化学分析方法

库仑法测定碳量

GB/T 13747.24-92

Zirconium and zirconium alloys—Determination of carbon content—Combustion coulometric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了锆及锆合金中碳含量的测定方法。

本标准适用于锆及锆合金中碳含量的测定。测定范围:0.005 0%~0.30%。

2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

3 方法原理

在氧气流中,助熔剂存在下,试料高温燃烧,生成二氧化碳,进入已设定 pH 值的高氯酸钡溶液,二氧化碳被吸收,产生的氢离子使溶液的 pH 值下降,通过电解,pH 值恢复至原设定值。根据电解时所消耗的电量计算其碳量。

4 试剂与材料

4.1 锡粒(含碳量小于 0.001%)。

4.2 铁屑(含碳量小于 0.001%)。

4.3 氧气(99.99%)。

4.4 氧气净化用材料和试剂:碱石棉、铂石棉、二氧化锰、玻璃棉。

4.5 瓷管 ϕ 外 $\times\phi$ 内 $\times L$,mm:22 \times 17 \times 600。

4.6 瓷舟:L88mm,在马弗炉中 1 300℃下灼烧 3h,置于干燥器内冷却备用。

4.7 吸收池溶液:称取 50g 高氯酸钡[Ba(ClO₄)₂·3H₂O]置于 500mL 烧杯中,加入 300mL 水,搅拌溶解后移入 1 000mL 容量瓶中,加入 20mL 异丙醇,用水稀释至刻度,混匀。

4.8 阳极池溶液:称取 150~200g 高氯酸钡[Ba(ClO₄)₂·3H₂O]置于 500mL 烧杯中,加入 300mL 水,搅拌溶解后移入 1 000mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

4.9 参考池溶液:移取 100mL 吸收池溶液(4.7)于 300mL 烧杯中,加入 2~4g 氯化钠,搅拌溶解。

5 仪器设备

库仑法测定碳装置见图。