

中华人民共和国黑色冶金行业标准

## 氧化钼块化学分析方法 库仑法测定碳

YB/T 5042-93

Chemical analysis of lump molybdenum oxide  
The determination of carbon by the coulomb method

本标准遵守 GB 1467-78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

本标准适用于氧化钼块中碳量的测定，氧化钼粉亦可参照使用。测定范围：0.010~0.400%。

### 1 方法提要

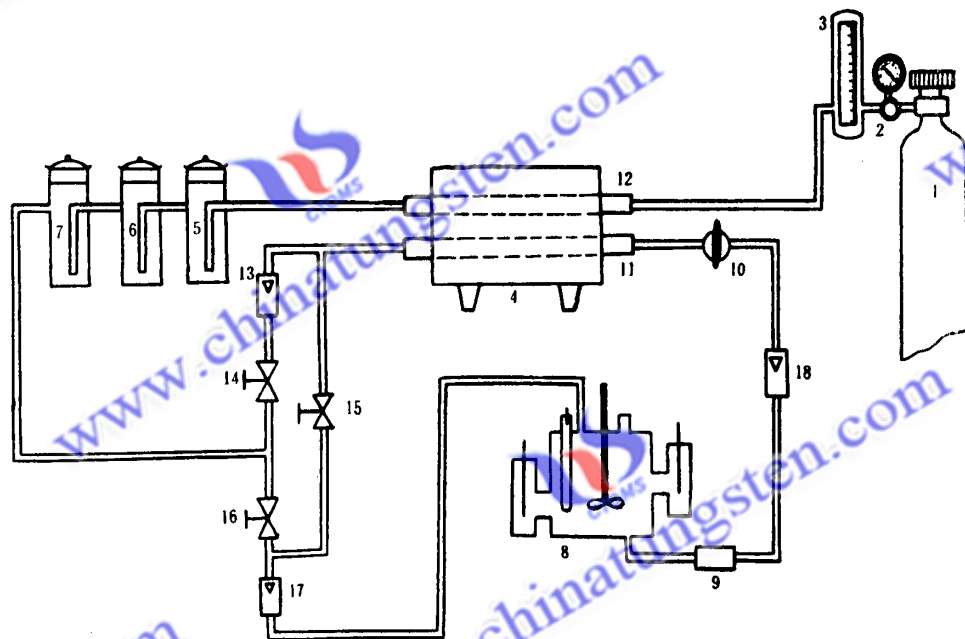
试样中碳在高温氧气流中燃烧，生成二氧化碳，被已知 pH 值的过氯酸钡溶液吸收，生成过氯酸，使溶液的 pH 值改变，通以一定电量的脉冲电流进行电解，使溶液的 pH 值恢复到原来数值，根据电解消耗的脉冲电量数，计算试样含碳量。

### 2 试剂

- 2.1 钼酸银：固体。
- 2.2 无水碳酸钠：固体，基准试剂。
- 2.3 结晶过氯酸钡：固体。
- 2.4 氢氧化钾：固体。
- 2.5 碳酸钡：固体，研成细粉状使用。
- 2.6 氯化钠：固体。
- 2.7 过氯酸：比重 1.67。
- 2.8 异丙醇。
- 2.9 氧化铜：丝状。
- 2.10 烧碱石棉：10~20 目。
- 2.11 分子筛：F-10，条状，变色。
- 2.12 脱脂棉：医用。
- 2.13 硝酸银溶液：5g 硝酸银溶解于 100ml 水中。
- 2.14 过氯酸洗液：100 ml 过氯酸稀释于 2000ml 水中，摇匀。
- 2.15 阴极杯溶液：50g 结晶过氯酸钡 (2.3)，溶解于 1000ml 水中，加 20ml 异丙醇 (2.8)，摇匀。
- 2.16 阳极杯溶液：50g 结晶过氯酸钡 (2.3)，溶解于 250ml 水中，摇匀。
- 2.17 参考电极溶液：5g 结晶过氯酸钡 (2.3)、3g 氯化钠 (2.6)，溶解于 100ml 水中，待完全溶解后，加入数滴硝酸银溶液 (2.13)，加热至 60~70℃，冷却后，用上部澄清溶液，沉淀不必滤去。
- 2.18 氧气：工业纯。

中华人民共和国冶金工业部 1993-12-08 批准

1994-01-01 实施



定碳气路装置图

1—氧气瓶；2—减压阀；3—流量计；4—管式炉；5—变色分子筛；6—钠石棉；7—氢氧化钾；8—吸收池；  
9—除硫器；10—三通阀；11、12—磁管；13、17、18—流量计；14、15、16—针形阀

### 3 仪器

3.1 库仑定碳仪。

3.2 双管燃烧炉：至少有4根硅碳棒；附有温度自动控制装置；炉内高温区温度应达到1250℃，高温区长度应大于10cm。

3.3 电源稳压器：1kW。

3.4 氧气吸入器：医用。

3.5 钒酸银除硫器。

3.6 瓷舟：88mm或97mm，在1200℃灼烧5h，冷却后，放入无油脂的干燥器中保存，备用。

3.7 金属钩：用镍铬丝或纯铜丝制成。

### 4 试样

4.1 试样需通过160目/英寸筛。

4.2 试样需在 $105 \pm 2$ ℃烘至恒重。

### 5 分析步骤

#### 5.1 分析前准备

5.1.1 阴极杯中加入90~100ml阴极杯溶液(2.15)。

5.1.2 阳极杯中先加粉状碳酸钡(2.5)至半满，然后，倒入阳极杯溶液(2.16)，并用玻璃棒搅拌，静止后沉淀物高度应超过半透膜，铂电极应全部浸在溶液中，但又在沉淀物之上。

5.1.3 小杯中加入参考电极溶液(2.17)，以超过半透膜高度为准。

5.1.4 检查气路，确认不漏气后，仪器按规定的操作进行多次“终点定位”，选定吸收液pH为9.5左右。

5.1.5 称取0.000 88g、0.002 21g、0.004 41g、0.008 82g无水碳酸钠(2.2),以0.5000g试样为基准,相当于含碳量0.020%,0.050%、0.100%、0.200%,按分析步骤第5.2.1及5.2.2款进行测定,确定“电量补偿”位置。

## 5.2 试样分析

5.2.1 称取0.2500~1.0000g试样于瓷舟(3.6)中,上面覆盖1~2g氧化铜(2.9)(试样与助熔剂的重量比为1:2)。

5.2.2 待仪器正常后,控制氧气流量150~200 ml/min,空白值稳定到最小,按入“电解”,“自复”开关,关闭通往吸收池活塞,打开橡皮塞,用金属钩(3.7)将瓷舟推入燃烧炉(3.2)的高温区,迅速塞紧橡皮塞,打开通往吸收池的活塞,按“自复”开关,使脉冲数字显示器复零,准确记时,观察脉冲电流pH值毫伏表及数字显示器的显示情况,试样燃烧5 min后,毫伏表重新复零,在脉冲数字显示器上,读取脉冲记数,按下“自复”开关,关闭通向吸收池的活塞,打开橡皮塞,取出瓷舟。

## 5.3 空白值的测定

与试样分析相同条件,测定氧化铜(2.9)空白值,其空白值以0.5000g样品计算,应不大于0.003%。

## 6 分析结果的计算

按下式计算碳的百分含量:

$$C(\%) = 0.5 \times 10^{-6} \times \frac{A - A_0}{m} \times 100$$

式中:  $A$ ——试样的脉冲记数;  
 $A_0$ ——氧化铜空白的脉冲记数;  
 $m$ ——称样量, g;

$0.5 \times 10^{-6}$ ——每一个脉冲相当碳的重量, g。

## 7 允许差

实验室之间分析结果的差值不能超过下表所示值,室内允许差应小于表中所列值。

		%	
含碳量	允许差	含碳量	允许差
0.010~0.050	0.004	>0.150~0.250	0.015
>0.050~0.150	0.010	>0.250~0.400	0.025

### 附加说明:

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由上海铁合金厂负责起草。

本标准由锦州铁合金厂起草。

本标准主要起草人汪希鹏。