



中华人民共和国国家标准

GB 8638.13—88

镍基合金粉化学分析方法 脉冲加热惰性气熔融 库仑滴定法测定氧量

Nickel base alloy powder—Determination of oxygen content
—Pulse heating inert gas fusion coulometric titrimetric method

1988-01-11 发布

1989-01-01 实施

国 家 标 准 局 发 布

中华人民共和国国家标准

镍基合金粉化学分析方法 脉冲加热惰性气熔融 库仑滴定法测定氧量

UDC 669.245-492.2
:543.062

GB 8638.13-88

Nickel base alloy powder—Determination of oxygen content
— Pulse heating inert gas fusion coulometric titrimetric method

本标准适用于镍基合金粉末中氧量的测定。测定范围:0.01%~0.20%。

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》。

1 方法提要

试样用金属箔包裹,投入处在氩气流中由低压交流电直接加热的石墨坩埚内,于 2 500 ℃左右熔融。试样中氧呈一氧化碳析出,经氧化铜转化为二氧化碳,被 pH 值为 9.5 左右的高氯酸钡溶液吸收,使溶液的 pH 值降低,同时用电解生成的碱使溶液的 pH 值恢复至原给定值。根据电解所耗电量的脉冲计数计算氧量。

2 试剂与材料

- 2.1 氩气,纯度大于 99.99%。
- 2.2 氧化铜,线状。
- 2.3 碳酸钡。
- 2.4 高氯酸溶液(1+19)。
- 2.5 阴极池(主杯)溶液:称取 100 g 高氯酸钡[Ba(ClO₄)₂·3H₂O]溶于 2 000 mL 水中,加入 60 mL 异丙醇,混匀。贮于磨口瓶内备用。
- 2.6 阳极池(副杯)溶液:称取 100 g 高氯酸钡[Ba(ClO₄)₂·3H₂O]溶于 500 mL 水中,混匀。贮于磨口瓶内备用。
- 2.7 参考电极池(小杯)溶液:称取 5 g 高氯酸钡[Ba(ClO₄)₂·3H₂O]和 3 g 氯化钠,溶于 100 mL 水中,待完全溶解后滴加数滴硝酸银溶液(5%),加热至 60~70℃,冷却,混匀。贮于磨口瓶内备用。
- 2.8 高氯酸镁或五氧化二磷。
- 2.9 四氯化碳。
- 2.10 丙酮。
- 2.11 金属箔:镍箔或铁镍箔,氧量低于 0.02%,厚度≤0.05 mm。
- 2.12 碱石棉。
- 2.13 玻璃棉。
- 2.14 石墨坩埚,用高纯、致密、细晶粒、高温下有足够强度的石墨加工而成。其形状与尺寸见图 1。