

中华人民共和国国家标准

硅铁化学分析方法 红外线吸收法测定碳量

GB 4333.10—90

Methods for chemical analysis of ferrosilicon—
The infrared absorption method for the
determination of carbon content

1 主题内容与适用范围

本标准规定了红外线吸收法测定碳量。

本标准适用于硅铁中碳量的测定。测定范围:0.025%~0.250%。

2 方法提要

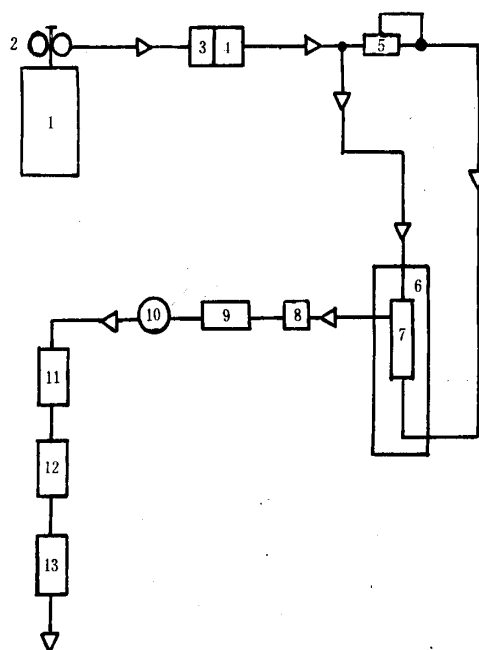
试样于高频感应炉的氧气流中加热燃烧,生成的二氧化碳由氧气载至红外线分析器的测量室,二氧化碳吸收某特定波长的红外能,其吸收能与碳的浓度成正比,根据检测器接受能量变化可测得碳量。

3 试剂及材料

- 3.1 丙酮:蒸发后的残余物含碳量小于0.005%。
- 3.2 高氯酸镁(无水):粒状。
- 3.3 烧碱石棉:粒状。
- 3.4 玻璃棉。
- 3.5 钨粒:碳量小于0.002%,粒度0.8~1.4 mm。
- 3.6 锡粒:碳量小于0.002%,粒度0.4~0.8 mm。必要时应用丙酮(3.1)清洗表面,并在室温下干燥。
- 3.7 纯铁:碳量小于0.002%,屑状。
- 3.8 氧气:纯度大于99.95%,其他级别氧气若能获得低而一致的空白时,也可以使用。
- 3.9 动力气源:氮气、氩气或压缩空气,其杂质(水和油)含量小于0.5%。
- 3.10 素质坩埚($\phi \times h$, mm; 23×23 或 25×25):在高于1200℃的高温加热炉中灼烧4 h或通氧灼烧至空白值为最低。
- 3.11 坩埚钳。

4 仪器及设备

- 4.1 红外线吸收定碳仪(灵敏度为1.0 ppm)其装置如图。



红外线吸收定碳仪装置图

1—氧气瓶;2—两级压力调节器;3—洗气瓶;4,9—干燥管;
5—压力调节器;6—高频感应炉;7—燃烧管;8—除尘器;
10—流量控制器;11—一氧化碳转换为二氧化碳的转换器;
12—除硫器;13—二氧化碳红外检测器

4.1.1 洗气瓶(3):内装烧碱石棉(3.3)。

4.1.2 干燥管(4,9):内装高氯酸镁(3.2)。

4.2 气源

4.2.1 载气系统包括氧气容器,两级压力调节器及保证提供合适压力和额定流量的时序控制部分。

4.2.2 动力气源系统包括动力气(氮气、氩气或压缩空气),两级压力调节器及保证提供合适压力和额定流量的时序控制部分。

4.3 高频感应炉

应满足试样熔融温度的要求。

4.4 控制系统

4.4.1 微处理机系统包括中央处理机、存储器、键盘输入设备、信息中心显示屏、分析结果显示屏及分析结果打印机等。

4.4.2 控制功能包括自动装卸坩埚和炉台升降、自动清扫、分析条件选择设置、分析过程的监控和报警中断、分析数据的采集、计算、校正及处理等。

4.5 测量系统

主要由微处理机控制的电子天平(感量不大于 1.0 mg),红外线分析器及电子测量元件组成。

5 试样

试样应全部通过 0.125 mm 筛孔。

6 分析步骤

6.1 试料

称取 0.200~0.250 g 试样,精确至 0.001 g。

6.2 空白试验

在预先盛有 0.400 ± 0.005 g 锡粒(3.6)的坩埚(3.10)内,覆盖 0.600 ± 0.005 g 纯铁(3.7)和 1.500 ± 0.005 g 钨粒(3.5),于同一量程或通道,按 6.5 条进行测定。重复足够次数,直至得到低而比较一致的读数。记录最小的三次读数,计算平均值,并参考仪器说明书,将平均值输入到分析仪中,则仪器在测定试样时会进行空白值的电子补偿。

6.3 分析准备

6.3.1 按仪器使用说明书调试检查仪器,使仪器处于正常稳定状态。

6.3.2 选用设置最佳分析条件。

6.3.3 应用标准试样及助熔剂按 6.5.1 条和 6.5.2 条作两次试测,以确定仪器是否正常。

6.3.4 称取 0.250 g 含碳量为 0.050% 左右的标准试样若干份,按 6.5 条进行测定,其结果波动应在 $\pm 0.003\%$ 范围内,否则应按仪器要求调节仪器的灵敏度。

6.4 校正试验

6.4.1 根据待测试样的含碳量,选择相应的量程或通道,并选择三个同类型标样(待测试样含碳量应落在所选三个标样含碳量的范围内)依次进行校正,测得结果的波动应在允许误差范围内,以确认系统的线性,否则应按仪器说明书调节系统的线性。

6.4.2 不同量程或通道,应分别测其空白值并校正。

6.4.3 当分析条件变化时,如仪器尚未预热 1 h,氧气源、坩埚或助熔剂的空白值已发生变化时,都要求重新测定空白并校正。

6.5 测定

6.5.1 按待测试样的含碳量范围,分别选择仪器的最佳分析条件,如仪器的燃烧积分时间、比较水准(或设定数)的设置等。

6.5.2 将称取的试样(6.1)均匀置于预先盛有 0.400 g 锡粒(3.6)的坩埚(3.10)内,覆盖 0.600 g 纯铁(3.7)及 1.500 g 钨粒(3.5),钳取坩埚放到炉台坩埚座上,按仪器说明书操作,开始分析并读取结果。

7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于下表所列允许差。

		%
碳 量	允 许 差	
0.025~0.070	0.006	
>0.070~0.120	0.008	
>0.120~0.250	0.012	

附加说明:

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由新余钢铁厂起草。

本标准主要起草人周矩涵、吴太白、刘金华、赵承忠。