

中华人民共和国国家标准

锰铁及高炉锰铁化学分析方法 红外线吸收法测定碳量

UDC 669.15'74
:543.062

GB 7730.5—88

Methods for chemical analysis of ferromanganese
and blast furnace ferromanganese
The infrared absorption method for the determination
of carbon content

本标准适用于锰铁及高炉锰铁中碳量的测定。测定范围:0.025%~8.00%。

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

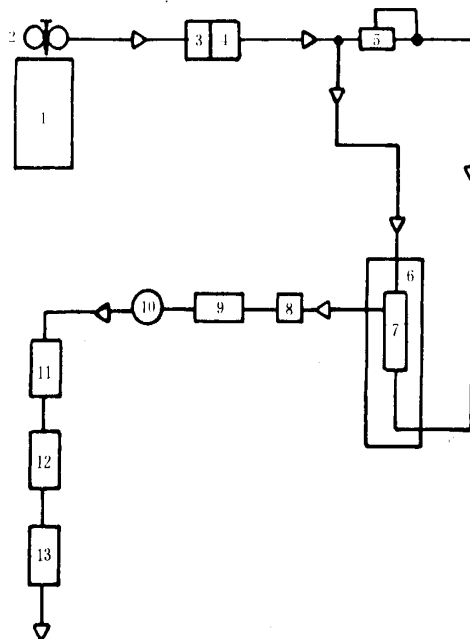
试样于高频感应炉的氧气流中加热燃烧,生成的二氧化碳由氧气载至红外线分析器的测量室,二氧化碳吸收某特定波长的红外能,其吸收能与其浓度成正比,根据检测器接受能量的变化可测得碳量。

2 试剂及材料

- 2.1 丙酮:蒸发后的残余物碳量小于0.0005%。
- 2.2 高氯酸镁:无水、粒状。
- 2.3 烧碱石棉:粒状。
- 2.4 玻璃棉。
- 2.5 钨粒:碳量小于0.002%,粒度0.8~1.4 mm。
- 2.6 锡粒:碳量小于0.002%,粒度0.4~0.8 mm。必要时应用丙酮(2.1)清洗表面,并在室温下干燥。
- 2.7 纯铁:碳量小于0.002%。
- 2.8 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。
- 2.9 动力气源:氮气或压缩空气,其杂质(水和油)含量小于0.5%。
- 2.10 素质坩埚: $\phi \times h$, mm: 23×23 或 25×25,并在高于1200℃的高温加热炉中灼烧4h或通氧灼烧至空白值为最低。
- 2.11 坩埚钳。

3 仪器及设备

- 3.1 红外线吸收定碳仪(灵敏度为1.0 ppm)
其装置如图。



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

3.1.1 洗气瓶(3):内装烧碱石棉(2.3)。

3.1.2 干燥管(4、9):内装高氯酸镁(2.2)。

3.2 气源

3.2.1 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。

3.2.2 动力气源系统包括动力气(氮气或压缩空气)、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。

3.3 高频感应炉

应满足试样熔融温度的要求。

3.4 控制系统

3.4.1 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。

3.4.2 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。

3.5 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。

4 试样

4.1 锰铁试样应全部通过0.149 mm筛孔。

4.2 高炉锰铁试样应全部通过0.125 mm筛孔。

5 分析步骤

5.1 试样量

按表 1 称取试样。

表 1

碳量, %	试样量, g
≤3.000	0.500
>3.000	0.200

5.2 空白试验

称取 0.800 ± 0.005 g 纯铁 (2.7) 置于预先盛有 0.300 ± 0.005 g 锡粒 (2.6) 的坩埚 (2.10) 内, 覆盖 1.500 ± 0.005 g 钨粒 (2.5), 于同一量程或通道, 按 5.5 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。

5.3 分析准备

5.3.1 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。

5.3.2 选择设置最佳分析条件。

5.3.3 应用标准试样及助熔剂按 5.5.1 和 5.5.2 作两次试测, 以确定仪器是否正常。

5.3.4 称取 0.500 g 含碳量为 0.050% 左右的标准试样若干份, 按 5.5 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。

5.4 校正试验

5.4.1 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。

5.4.2 不同量程或通道, 应分别测其空白值并校正。

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

5.5 测定

5.5.1 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。

5.5.2 将称取的试样 (5.1) 置于预先盛有 0.300 g 锡粒 (2.6) 的坩埚 (2.10) 内, 覆盖 0.800 g 纯铁 (2.7) 和 1.500 g 钨粒 (2.5), 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。

6 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

GB 7730.5—88

表 2

%

碳 量	允许差
0.025	0.003
>0.025~0.070	0.006
>0.070~0.120	0.008
>0.120~0.400	0.012
>0.400~1.200	0.030
>1.200~2.500	0.050
>2.50~5.00	0.10
>5.00~8.00	0.15

附加说明:

本标准由新余钢铁厂起草。

本标准主要起草人吴太白、吴方诚。

自本标准实施之日起,原冶金工业部部标准 YB 80—65《锰铁及高炉锰铁化学分析方法》作废。

本标准水平等级标记 GB 7730.5—88 I