

## 高频红外吸收法测硅铁中碳含量

铁生年 张志刚 刘得寿

(西宁特钢集团公司 西宁 810005)

### 前言

硅铁合金是生产特殊钢的脱氧剂,也是我国出口创汇的重要产品。硅铁中碳含量的高低直接影响产品的质量,因此,快速、准确的测定硅铁中碳含量,是把握硅铁合金的质量的关键,本文用高频红外吸收法测定硅铁中碳含量,经实验表明,硅铁在高频炉中是否完全熔融是测定碳的决定因素。在仪器工作参数已定的情况下,选择合适助熔剂及用量,测定硅铁中碳含量与标准值及气体容量法测得值很吻合,方法简捷,具有较强的实用性,适宜于硅铁合金中碳的快速分析。

### 1 实验部分

#### 1.1 工作参数的选择

分析气体氧气:纯度 99.95%;压力 0.25MPa;

动力气体 氧气压力 0.25MPa;

工作炉头压力:  $0.08 \pm 0.01$ MPa;

工作燃烧压力:  $0.18 \pm 0.005$ MPa;

碳池电压: 1.800~1.900V;

高频炉工作电流:板流 0.3~0.6A,栅流 70~150mA;

吹氧流量:1.81/min 分析气流量:3.21/min。

#### 1.2 仪器及主要试剂

上海德凯公司高频红外碳硫分析仪;

碱石棉: HE-3 型高效变色干燥剂(中科院上海冶金研究所);

HP-1 型高效 CO<sub>2</sub> 吸收剂(中科院上海冶金研究所);

坩埚: 湖南醴陵市茶山坩埚瓷厂;

钨粒: C<0.0008%; S<0.0005%;

锡粒: C<0.0008%; S<0.0002%;

铜屑: C<0.0007%; S<0.0004%。

#### 1.3 高频红外测定碳的原理

在重量传感器上称取样品重量,并输入计算机,然后被测样品在富氧的条件下在高频炉内高温加热使碳硫氧化成 CO、CO<sub>2</sub> 和 SO<sub>2</sub>,燃烧中生成尚没氧化成 CO<sub>2</sub> 的 CO 气体经转化炉再氧化成 CO<sub>2</sub> 气体,气体经处理后,进入红外吸收池,CO<sub>2</sub> 对红外线在 4.26 $\mu$ m 处具有很强的特征吸收带;气体对相应的红外辐射进行吸收再由探测器转化为与此对应的信号。此信号由计算机每秒采样 12.5 次,经线性校正后转换成与 CO<sub>2</sub> 浓度成正比数值,然后把整个分析过程的取值累加,分析结束后,此累加值在计算机中除以重量值,再乘以校正系数,扣除空白,可获得样品的碳含量,由打印机打出数据。

### 2 坩埚和助熔剂选择

#### 2.1 坩埚的选择和处理

选择湖南醴陵市茶山坩埚瓷厂生产的  $\Phi 25\text{mm} \times 25\text{mm}$  坩埚,使用前经 1000 $^{\circ}\text{C}$  高温灼烧 4h 后,置于干燥器备用,测得其碳空白值稳定且小于 0.0005%。

#### 2.2 助熔剂的选择

测定硅中碳时,助熔剂的选择及配比对结果是非常重要的。笔记分别单独用钨粒、锡粒、铜屑做助熔剂测定时发现,经高频加热,硅铁熔融的并不完全。测得的结果忽高忽低,表明硅铁中碳的释放不稳,其中尤以铜屑为最差,这是因为铜在高频感应线圈中没产生足够的涡流。为此采用了混合配比上述三种助熔剂的方法。结果发现,各助熔剂前后添加的顺序对测定结果也是一个不可忽视的条件。经过试验,采用 1g 的锡粒+0.1g 的试样 +1.5g 的钨粒的配比方法,获得了满意的结果。

### 3 硅铁中碳的准确度、精密度试验

分析准确度和精密度是衡量仪器的重要技术指标。由表 1 可知,在上述分析条件下,完全满足硅铁中碳的分析。本法和化学分析对照试验结果见表 2。

表 1 硅铁中碳的准确度、精密度试验

标样名称	标准值 (%)	红外值 (%)			标准偏差 (%)
硅铁 BH0301-6	0.066	0.069	0.067	0.067	0.2
硅铁 BH1917-1	0.120	0.127	0.121	0.118	0.6
硅铁 BH1912-1	0.075	0.074	0.074	0.075	0.1

表 2 硅铁中碳的对照试验

样品编号	红外值 (%)	化学值 (%)	误差
Si-Fe-1	0.046	0.045	+0.001
Si-Fe-2	0.061	0.062	-0.001
Si-Fe-3	0.070	0.073	-0.003
Si-Fe-4	0.107	0.110	-0.003
Si-Fe-5	0.143	0.140	+0.003
Si-Fe-6	0.173	0.163	+0.01
Si-Fe-7	0.048	0.050	-0.002
Si-Fe-8	0.073	0.070	+0.003
Si-Fe-9	0.034	0.035	-0.001
Si-Fe-10	0.052	0.050	+0.002
Si-Fe-11	0.061	0.060	+0.001
Si-Fe-12	0.102	0.11	+0.001
Si-Fe-13	0.062	0.064	-0.002
Si-Fe-14	0.175	0.177	-0.002
Si-Fe-15	0.078	0.080	0.002
Si-Fe-16	0.065	0.076	-0.002
Si-Fe-17	0.057	0.059	-0.002
Si-Fe-18	0.091	0.101	-0.010

### 4. 结语

通过硅铁中碳的分析实践表明,使用高频红外碳硫分析仪(HCS140),只要选择合适的工作参数和混合熔剂,加强日常维护管理,完全可满足硅铁中碳的快速分析。

## 更 名 启 示

随着目前我国仪器应用界知识水平的不断提高,应广大读者和作者的要求,为适应本刊办刊工作日益发展的需要,本刊将原有的《现代仪器使用与维修》刊名改为《现代仪器》,以便更大范围地介绍仪器的发展,传播仪器技术应用知识,为我国科技事业服务。

特此敬告各界读者,望继续得到您的支持。

《现代仪器使用与维修》杂志社  
1999/1/14