

团 体 标 准

T/HMS 007—2023

硼铁 碳含量的测定 高频感应炉燃烧后红外吸收法

Ferroboron—Determination of carbon content—
Infrared absorption method after combustion in an induction furnace

2023-09-15 发布

2023-11-01 实施

河北省金属学会 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由河北大河材料科技有限公司提出。

本文件由河北省金属学会标准化工作办公室归口。

本文件起草单位：河北大河材料科技有限公司、河北省金属学会、沧州中铁装备制造材料有限公司。

本文件主要起草人：张彩东、杨晓倩、郭圣洁、葛晶晶、禹青霄、戚振南、孟瑞瑛、安治国、刘洁、杨慧贤、汤楚尧、许红霞、王丽华、葛旭川。

硼铁 碳含量的测定

高频感应炉燃烧后红外吸收法

警告:使用本部分的人员应有正规实验室工作实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题,使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了红外吸收法测定硼铁中碳含量的办法。

本文件适用于硼铁中碳含量的测定,测定范围(质量分数)为 0.04%~0.35%。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 4010 铁合金化学分析用试样的采取和制备

GB/T 6379.1 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第 1 部分:总则与定义

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第 2 部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试料于高频感应炉的氧气流中加热燃烧,碳生成二氧化碳由氧气流载至红外线分析器的测量室,二氧化碳吸收特定波长的红外能,其吸收能与其浓度成正比,根据检测器接收能量的变化可测定碳含量。

5 试剂和材料

5.1 丙酮:蒸发后的残余物含碳质量分数小于 0.0005%。

5.2 高氯酸镁,无水,粒状。

5.3 烧碱石棉,粒状。

5.4 玻璃棉。

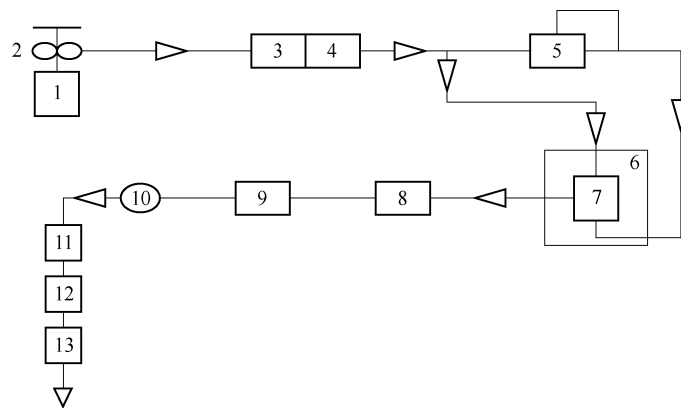
5.5 锡粒,碳含量(质量分数)小于 0.0010%,粒度 0.4 mm~0.8 mm。必要时应用丙酮(5.1)清洗表面,并在室温下干燥。

- 5.6 钨粒,碳含量(质量分数)小于 0.0010%,粒度 0.8 mm~1.4 mm。
- 5.7 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,也可使用。
- 5.8 动力气源,氮气或压缩空气,其杂质(水和油)含量(质量分数)小于 0.5%。
- 5.9 陶瓷坩埚(碳含量(质量分数)小于 0.0005%),直径×高度为 23 mm×23 mm 或 25 mm×25 mm,并在高于 1200 °C 的高温加热炉中灼烧 2 h 以上,然后将坩埚取出,置于干净的耐热盘中,冷却 2 min~3 min 放置于干燥器中密封存放。
- 5.10 坩埚钳。

6 仪器及设备

6.1 红外碳硫分析仪

红外碳硫分析仪(灵敏度 1.0×10^{-6}),其装置见图 1。



标引序号说明:

- 1 —— 氧气瓶;
- 2 —— 总压阀和分压阀;
- 3 —— 烧碱石棉;
- 4,9 —— 高氯酸镁;
- 5 —— 调节器;
- 6 —— 感应炉;
- 7 —— 燃烧区;
- 8 —— 灰尘捕集器;
- 10 —— 气体流量计;
- 11 —— CO 和 CO₂ 转化器;
- 12 —— SO₃ 捕集器;
- 13 —— CO₂ IR 池/读出。

图 1 红外吸收法测定碳含量

6.2 气源

- 6.2.1 载气系统包括氧气容器、两级压力调节器及保证供给合适压力和额定流量的时序控制部分。
- 6.2.2 动力气源系统包括动力气(5.8)、两级压力调节器及保证供给合适压力和额定流量的时序控制部分。

6.3 高频感应炉

应满足试样熔融温度的要求。

6.4 控制系统

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及中断、分析数据的采集、计算、校正及处理等。

6.5 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。

6.6 取制样

按照 GB/T 4010 的规定进行取制样,试样应通过 0.088 mm 筛孔。

7 分析步骤

7.1 试料

称取 0.20 g 试料,精确至 0.001 g。

7.2 分析准备

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,并选用最佳分析条件。

7.3 空白试验

称取 0.4 g 锡粒(精确至 0.001 g)(5.5)和 1.5 g 钨粒(精确至 0.001 g)(5.6)置于陶瓷坩埚(5.9)中,于同一量程或通道,按 7.5 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 3 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。

7.4 校正试验

7.4.1 根据待测试样的含碳量,选择相应的量程或通道,并选择至少两个标准样品(待测试样含碳量应当落在所选两个标准样品含碳量的范围内)依次进行校正,测定结果的波动应在重复性限 r 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。

7.4.2 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发生改变时,应重新测定空白并校正。

7.5 测定

7.5.1 按待测试样的碳含量范围,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。

7.5.2 将试料(7.1)置于陶瓷坩埚(5.9)内,均匀覆盖 0.4 g 锡粒(5.5)和 1.5 g 钨粒(5.6),按仪器说明书操作,开始分析并读取结果。

7.6 分析结果的表示

同一试样两次独立分析结果的极差值不大于重复性限(r),则取算术平均值作为分析结果。如果两次独立分析结果的极差值大于重复性限(r),则按照附录 A 中的规定追加测量次数并确定分析结果。分析结果按 GB/T 8170 将数值修约至 3 位有效数字。

8 精密度

本部分的精密度试验由 6 个实验室对 5 个水平的碳含量(质量分数为 0.04%~0.35%)进行测定;每个实验室对每个水平的碳含量在 GB/T 6379.1 规定的重复性条件下测定 4 次。

根据 GB/T 6379.2,对得到的测定结果进行统计分析,精密度见表 1。

表 1 精密度

碳含量(质量分数) %	重复性限(r) %	再现性限(R) %
0.04~0.35	$r=0.0280m+0.00044$	$R=0.0816m+0.0015$

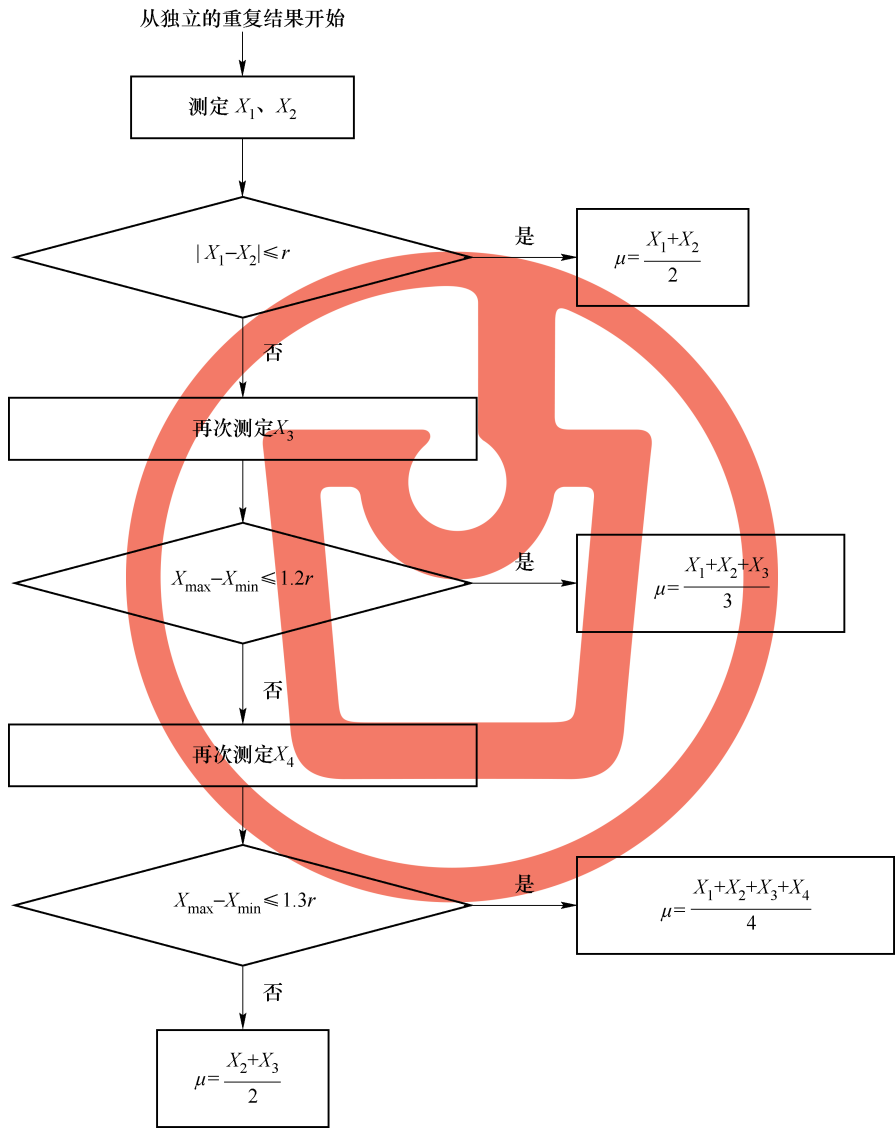
9 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- a) 实验室名称和地址;
- b) 试验报告发布日期;
- c) 本文件编号;
- d) 样品识别必要的详细说明;
- e) 分析结果;
- f) 结果的测定次数;
- g) 测定过程中存在的任何异常特性以及本文件中未规定而可能对试样或认证标样的分析结果产生影响的操作。

附录 A
(规范性)
试验样分析值接受程序流程图

试验样分析值接受程序流程图见图 A. 1。



标引序号说明：

X_2 ——排序第二小的测量结果；

X_3 ——排序第三小的测量结果。

图 A. 1 试验样分析值接受程序流程图

河北省金属学会
团体标准
硼铁 碳含量的测定
高频感应炉燃烧后红外吸收法
T/HMS 007—2023

*

冶金工业出版社出版发行
北京市东城区嵩祝院北巷 39 号
邮政编码:100009
北京捷迅佳彩印刷有限公司印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 16 千字
2023 年 11 月第一版 2023 年 11 月第一次印刷

*

统一书号:155024·4190 定价: 55.00 元

155024·4190



9 715502 441909 >