

DB51

四川省地方标准

DB51/T 2042—2015

钒铝合金 碳、硫含量的测定 高频感应燃烧—红外吸收法

2015-09-25 发布

2016-01-01 实施

四川省质量技术监督局 发布

目 次

目次	I
前 言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 原理	1
4 试剂和材料	1
5 仪器	2
6 试样	2
7 分析步骤	2
8 分析结果及其表示	3
9 允许差	3

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由四川省经济和信息化委员会提出并归口。

本标准由四川省质量技术监督局批准。

本标准起草单位：国家钒钛制品质量监督检验中心、攀钢集团有限公司。

本标准主要起草人：钟华、成勇、罗云川、杨平、但娟、冯宗平、彭慧仙、唐香林、孙咏梅、周开著。

钒铝合金 碳、硫含量的测定

高频感应燃烧—红外吸收法

1 范围

本标准规定了高频感应炉燃烧后红外吸收法测定碳、硫含量的方法。

本标准适用于钒铝合金中碳、硫含量的测定，碳测定范围（质量分数）：0.005%~0.500%，硫测定范围（质量分数）：0.005%~0.050%。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

JJG 395 定碳定硫分析仪检定规程

YS/T 579 钒铝中间合金

3 原理

试料在通入氧气流的高频感应炉内燃烧，碳、硫分别转化为二氧化碳和二氧化硫，随氧气流流经红外吸收池，由红外检测器测量其对特定波长红外线的吸收，其吸收能与流经的二氧化碳和二氧化硫成正比，由此测定碳和硫的质量分数。

4 试剂和材料

4.1 高氯酸镁，无水，粒状。

4.2 烧碱石棉，粒状。

4.3 玻璃棉。

4.4 铂和铂硅胶或催化氧化铜。

4.5 脱脂棉。

4.6 锡粒，碳质量分数不大于 0.001%，硫质量分数不大于 0.0005%。

4.7 纯铁，碳质量分数不大于 0.001%，硫质量分数不大于 0.0005%。

4.8 钨粒，碳质量分数不大于 0.001%，硫质量分数不大于 0.0005%。

4.9 氧气，纯度不小于 99.5%。

4.10 动力气，氮气、氩气或压缩空气，杂质（水和油）含量小于 0.5%。

4.11 陶瓷坩埚， $\Phi \times h$ ，25 mm×25 mm，在 950 °C~1 000 °C 的高温加热炉中灼烧 4 小时或 1250 °C~1350 °C 灼烧 15 分钟，放于干燥器冷却至室温后使用。

4.12 有证标准样品，铁基，碳、硫量应接近或略高于待测样品的碳、硫含量。

5 仪器

分析中使用的红外碳硫仪应符合JJG 395的规定，其余使用常规的实验室仪器。

6 试样

6.1 取样

化学成分分析用试样按YS/T 579的要求取样。

6.2 制样

试样应通过0.180 mm的筛孔，置于干燥器中待测。

7 分析步骤

7.1 试料量

称取0.20 g~0.25 g试样，精确至0.1 mg。

7.2 测定次数

对同一试样，应独立测定不少于2次。

注：“独立”是指在同一实验室，由同一操作员使用相同的设备、按相同的测试方法，在短时间内对同一被测对象独立进行测试。

7.3 仪器准备和确认

7.3.1 检查并确保仪器的燃烧单元和测量单元的气密性。

7.3.2 设置合适的测量参数。

7.3.3 按7.7方法试测几个样品，使仪器处于正常稳定状态。

7.4 空白试验

称取0.2 g锡粒(4.6)、0.4 g纯铁(4.7)和1.5 g钨粒(4.8)置于坩埚(4.11)中，于同一量程或通道，按7.7方法进行测定。重复测定直到读数稳定为止。记录最小的三次读数，计算平均值，并参考仪器说明书进行空白校准。不同量程或通道，应分别测其空白值并校准。

7.5 仪器校准

根据待测试样的碳、硫含量，选择相应的量程或通道，并选择至少一个钢铁标准样品(4.12)。将标准样品连续分析不少于两次，测定结果的波动应在允许差范围内，分析完后进行工作曲线校准。

7.6 验证试验

分析至少一个其它的钢铁标准样品(该样品未参与仪器校准)，分析结果与标准值的差若不符合表1中列的允许差，找出原因并消除，直到证明是在可能的误差之内，方可进行未知样品分析。分析过程中，须有间隔地插入钢铁标准样品，用于监控仪器漂移和验证最初的校准。

7.7 测定

将试料(7.1)置于坩埚(4.11)中，覆盖0.2 g锡粒(4.6)、0.4 g纯铁(4.7)和1.5 g钨粒(4.8)，将坩埚放到炉台坩埚座上，在仪器上测量并读取结果。

8 分析结果及其表示

同一试样两次测定结果的差值如不大于允许差，取其算术平均值作为分析结果，否则进行第三次测定；如三次测定结果的极差值不大于 1.2 倍允许差，取三次测定结果的算术平均值作为分析结果，否则进行第四次测定；四次测定结果的极差值如不大于 1.3 倍允许差，取四次测定结果的算术平均值作为分析结果，否则应查明原因重新分析。

分析结果应按 GB/T 8170 的规定修约至与允许差小数相同位数。

9 允许差

同一样品的两个分析结果的差值应不大于表1所列允许差。

表1 允许差

质量分数：%

测量元素	含量范围	允许差
C	0.005~0.025	0.003
	>0.025~0.070	0.006
	>0.070~0.120	0.008
	>0.120~0.300	0.015
	>0.300~0.500	0.020
S	0.005~0.015	0.002
	>0.015~0.025	0.003
	>0.025~0.050	0.004