

高钙线芯粉重量的检测方法

包杰, 周景涛, 牛燕, 钱胜文, 田芳, 杨志远

(内蒙古包钢钢联股份有限公司化检验中心, 内蒙古包头 014010)

摘要: 利用焊接工艺制备的高钙线, 钙棒包裹非常紧密, 很难用物理手段取出芯粉或用水溶解钙棒, 不能使用差减法精准测定高钙线的芯粉重量。文章使用不同浓度的盐酸和醋酸对高钙线浸泡处理, 观察反应效果, 使用 ICP 光谱仪检测溶液铁浓度, 分析酸对铁皮的腐蚀情况。确定使用醋酸(1+9)对高钙线进行处理, 反应迅速、完全, 铁皮基本无损失, 高钙线芯粉重量标准偏差(RSD, n=11)在0.1%~0.5%之间, 满足检测方法要求, 实现了高钙线芯粉重量快速、准确测定。

关键词: 高钙包芯线; 芯粉重量; 醋酸; 测定

中图分类号: TF702

文献标识码: B

文章编号: 1009-5438(2024)06-0096-03

Detection Method for Weight of Core Powder of High Calcium Wire

Bao Jie, Zhou Jing-tao, Niu Yan, Qian Sheng-wen, Tian Fang, Yang Zhi-yuan

(Chemical Inspection Center of Inner Mongolia Baotou Steel Union Co., Ltd., Baotou 014010, Inner Mongolia Autonomous Region, China)

Abstract: The calcium rod of high calcium wire prepared by welding process is wrapped so compactly that core powder is difficult to be taken out with physical means or calcium rod is difficult to be dissolved with water, so the weight of core powder of high calcium wire cannot be determined accurately with the minusing. In this paper, it is introduced that soak the high calcium wire with hydrochloric acid and acetic acid of different concentrations as well as observe the reaction effects. Moreover, the iron concentration of the solution is detected with inductively coupled plasma (ICP) spectrometer and the corrosion of acids on iron sheet is analyzed. The acetic acid (1+9) is determined to be used to treat high calcium wire as well as the reaction is rapid and complete. As a result, the iron sheet is basically lossless, standard deviation (RSD, n=11) of weight of core powder of high calcium wire is 0.1%~0.5%, which could meet the requirements of detection method as well as rapid and accurate determination of weight of core powder of high calcium wire is realized.

Key words: high calcium cored wire; weight of core powder; acetic acid; determination

高钙包芯线是生产厂家将合金材料研磨成粉末, 然后混合, 通过钢带包覆制作而成的产品, 作为炼钢过程中的脱氧剂, 利用钙与氧有较强的亲和力, 达到脱氧的目的, 减少钢中杂质, 改变钢中夹杂物的形状, 提高钢材的使用性能^[1]。

随着高钙包芯线制作工艺的改变, 铁皮包裹的钙棒越来越紧密, 使用原检测方法 BGJC/ZY-02-031 水溶解方式无法进行检测, 严重影响数据的准确性, 需开发新的检测方法解决高钙线芯粉重量的检测, 提高数据的准确性。

收稿日期: 2024-07-02

作者简介: 包杰(1990-), 男, 内蒙古包头市人, 工程师, 现从事化学分析方法研发工作。

1 实验部分

1.1 实验试剂

醋酸:1+1、1+3、1+9;盐酸:1+1、1+3、1+9。

1.2 样品处理

使用剪切机将20 cm长的待检高钙包芯线样品截成5段,准确测量每段样品的长度并记录 L ,在电子秤上称量每段样品的质量,记录质量 m_1 ;将每段样品置于(1+9)醋酸溶液中,使钙芯溶解,待高钙线中的钙完全溶解,取出铁皮,用自来水冲洗干净,烘干后称量其质量,记录质量 m_2 ,利用差减法的原理,通过公式(1)计算每段高钙包芯线芯粉重量,取5段样品的平均值,即为该待检高钙包芯线样品的芯粉重量^[2]。

$$\text{芯粉重量} = \frac{m_1 - m_2}{L} \quad (1)$$

1.3 样品溶解酸的选择

由于高钙包芯线生产工艺的改变,使用物理手段无法将整个钙棒取出,导致无法准确测定高钙线的芯粉重量。考虑到高钙包芯线内部为钙纯度在98%以上的钙棒,而钙元素属于活泼金属,可选用盐酸和醋

酸分别与钙棒反应,且铁皮质量的损失量不会影响测定结果,从而达到测定高钙线芯粉重量的目的。

选取高钙包芯线1[#]、2[#]、3[#]试样,采用水、盐酸、醋酸溶解三种方法进行钙棒的溶解试验,使用ICP光谱仪进行溶液中铁浓度的检测。通过计算公式进行推导,溶液中铁浓度小于0.01%时不会影响检测结果的准确性^[3-5],具体操作如下:

方法1:截取待检高钙包芯线20 cm,使用剪切机将高钙包芯线样品再次截成5段,放入400 mL水中进行反应。

方法2:配置不同浓度的盐酸溶液(1+1)、(1+3)、(1+9),将待检的20 cm高钙包芯线用剪切机截成5段,分别放入400 mL(1+1)、(1+3)、(1+9)盐酸溶液中进行反应。

方法3:配置不同浓度的醋酸溶液(1+1)、(1+3)、(1+9),将待检的20 cm高钙包芯线用剪切机截成5段,分别放入400 mL(1+1)、(1+3)、(1+9)醋酸溶液中进行反应。

高钙线在水、盐酸、醋酸中的溶解效果及盐酸、醋酸溶液中铁浓度,如表1、表2所示。

表1 不同溶解方式的溶解效果

样品	水	盐酸	醋酸
1 [#]	溶解不完全,铁皮表面生锈,7天还未完全反应	盐酸浓度为(1+1),反应剧烈,钙棒反应完全	醋酸浓度为(1+1),反应剧烈,钙棒反应完全
2 [#]	溶解不完全,铁皮表面生锈,7天还未完全反应	盐酸浓度为(1+3),反应剧烈,钙棒反应完全	醋酸浓度为(1+3),反应剧烈,钙棒反应完全
3 [#]	溶解不完全,铁皮表面生锈,7天还未完全反应	盐酸浓度为(1+9),反应剧烈,钙棒反应完全	醋酸浓度为(1+9),反应剧烈,钙棒反应完全

表2 反应后溶液中铁浓度

样品	盐酸酸度	铁浓度/%	醋酸酸度	铁浓度/%
1 [#]	(1+1)	5.2	(1+1)	0.12
	(1+3)	2.6	(1+3)	0.048
	(1+9)	1.1	(1+9)	0.001 5
2 [#]	(1+1)	5.5	(1+1)	0.13
	(1+3)	3.5	(1+3)	0.05
	(1+9)	1.4	(1+9)	0.001 1
3 [#]	(1+1)	4.8	(1+1)	0.10
	(1+3)	2.3	(1+3)	0.025
	(1+9)	1.08	(1+9)	0.000 9

由表1可以看出,使用水溶解时,高钙线中钙棒反应不完全,反应7天还未反应完全,铁皮表面已经生锈,使用盐酸、醋酸溶解时,钙棒与盐酸和醋酸的反应剧烈,且钙棒反应完全。由表2可以看出,使用盐酸时,溶液中铁浓度较大,从而影响测定结果准确度,使用醋酸时,溶液中铁浓度较盐酸小,且醋酸浓度为(1+9)时,溶液中铁浓度小于0.01%,满足方法检测要求。

1.4 反应时间实验

通过上述实验,选取4[#]样品,使用醋酸(1+9)进行反应,记录反应时间,观察钙棒反应程度,如表3所示。

表 3 反应时间实验数据

样品	反应时间/min	钙棒状态
4 [#] -1	30	未反应完全
4 [#] -2	40	有少量残余
4 [#] -3	60	反应完全

由表 3 可以看出,钙棒与醋酸(1+9)反应时间达到 60 min 时,钙棒反应完全。

1.5 准确度实验

选取包裹相对松弛的高钙包芯线样品 5[#]、6[#]、7[#]、8[#],使用物理手段将高钙包芯线整体取出,使用醋酸(1+9)溶解后进行实验,测定结果如表 4 所示。

表 4 使用物理手段和醋酸溶解的芯粉重量 g/m

样品	物理手段	醋酸溶解	差值
5 [#]	58.9	58.7	0.2
6 [#]	63.5	63.6	-0.1
7 [#]	61.5	61.4	0.1
8 [#]	57.8	57.9	-0.1

从表 4 可以看出,选取包裹相对松弛的高钙线,使用物理手段和化学反应同时进行实验,检测结果差值均小于 0.5 g/m,结果的准确度可以得到保障。

1.6 精密度实验

选取 9[#]样品截取 11 份,进行芯粉重量精密度检验,测定结果如表 5 所示。

表 5 精密度实验 g/m

样品	芯粉重量
9 [#] -1	59.4
9 [#] -2	59.6
9 [#] -3	59.3
9 [#] -4	59.5
9 [#] -5	59.5
9 [#] -6	59.4
9 [#] -7	59.2
9 [#] -8	59.4
9 [#] -9	59.5
9 [#] -10	59.4
9 [#] -11	59.6

由表 5 结果计算,高钙线的芯粉重量测定 11 次的精密度, $RSD = 0.119\%$, $RSD \leq 5\%$, 满足方法检测要求。

2 结果与讨论

通过实验,本方法检测高钙线芯粉重量,准确度和精密度可以得到保障,满足检测方法的要求,解决了由于高钙线中钙棒和铁皮压实过紧,无法准确测定芯粉重量的问题。将反应后的溶液使用 ICP 光谱仪进行铁浓度的测定,使用(1+9)醋酸溶解高钙线,溶液铁浓度为 0.000 9%,不影响差减重量法测定芯粉重量的准确度。此方法前处理方式简便,可以精准快速地检测高钙包芯线的芯粉重量,测定结果得到现场使用单位的认可。

3 结束语

采用醋酸(1+9)溶解高钙线,反应迅速,并且铁皮质量基本无损失,反应 60 min 即可准确测定高钙线芯粉重量,操作易于掌握。通过条件的优化,本方法可以对高钙线芯粉重量实现快速准确测定。该方法建立以来,承担了包钢股份各厂高钙线芯粉重量的检测任务,检测结果得到各厂的认可,可以满足日常对高钙线质量的验收要求。

参 考 文 献

- [1] 韩春鹏,刘平,董珍.高钙包芯线在低碳低硅钢中的应用[J].包钢科技,2011,37(6):14-16.
- [2] 卢文琪,李江文,张春兰,等.铁钙包芯线试样制取及主量元素分析[J].武钢技术,2017,55(2):37-39.
- [3] 张东升,张家相,贾云,等.铁钙包芯线中铁分析方法的比较研究[J].重庆科技学院学报(自然科学版),2011,13(1):125-130.
- [4] 罗清华,李杰,刘庆斌.电感耦合等离子体发射光谱法测定钢铁及合金中析出相组成成分的研究[J].冶金分析,2008,28(11):1-6.
- [5] 魏良江.电感耦合等离子体原子发射光谱分析研究进展[J].广东微量元素科学,2010,17(4):1-8.