高频感应燃烧红外吸收法测定高碳硅铁中的碳含量

钱胜文,孙志峰,李文静,包 杰,高慧敏

(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:采用高频感应燃烧红外吸收法测定高碳硅铁中的碳含量。通过样品称样量、纯铁加入量、锡粒加入量和钨粒加入量等一系列实验,确定了最佳的分析条件。实验结果表明,按 1.50 ~ 1.70 g 纯铁、0.08 ~ 1.20 g 试样、0.30 g 锡粒、1.30 ~ 1.50 g 钨粒的加入顺序,试样熔融状态良好,精密度实验结果的相对标准偏差为 0.59%,加标回收率为 99.16% ~ 100.34%,满足化学分析的要求。该分析方法操作简单、分析速度快,准确度和精密度高,满足了高碳硅铁进厂检测的要求。

关键词:高频感应;红外;高碳硅铁;碳含量

中图分类号:O657.33 **文献标识码**:B **文章编号**:1009 - 5438(2026)01 - 0095 - 04

Determination of Carbon Content in High - carbon Ferrosilicon with High Frequency Induction Combustion Infrared Method

Qian Shengwen, *Sun Zhifeng*, *Li Wenjing*, *Bao Jie*, *Gao Huimin*

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

Abstract: The carbon content in high - carbon ferrosilicon is determined with high frequency induction combustion infrared method. The optimal analysis conditions are determined through a series of experiments such as weighing sample as well as addition amount of pure iron, tin granular and tungsten particle. The experimental results showed that the molten state of sample was good, relative standard deviation of precision experiment results was 0.59% and adding standard recovery was 99.16% ~ 100.34% with the addition sequence of 1.50 ~ 1.70 g pure iron, 0.08 ~ 1.20 g sample, 0.30 g tin granular and 1.30 ~ 1.50 g tungsten particle, which could meet the requirements of chemical analysis. This analytical method is with simple operations, rapid analysis as well as high accuracy and precision, which could meet the requirements of incoming inspections of high - carbon ferrosilicon.

Key words: high frequency induction; infrared; high - carbon ferrosilicon; carbon content

高碳硅铁即碳含量较大的硅铁,也叫硅碳合金、高碳硅,是一种的新型转炉用合金品种,在炼钢过程中具有集渣、脱氧、提高炉温等作用。因其价格较传统冶金材料低,可以代替硅铁等昂贵的冶金材料,降低生产成本的同时提高利润。

碳含量是检测高碳硅铁质量的一项重要指标,

收稿日期:2025 - 10 - 22

作者简介:钱胜文(1984 -),男,山东省临沂市人,高级工程师,现从事冶金分析工作。

炼钢使用的高碳硅铁中碳含量指标要求大于20%。目前,20%左右高碳硅铁中碳含量的检测方法在现有的标准及文献资料中还未有涉及,而经典的气体容量法[1],因检测流程复杂,耗时长等缺点,不能满足日常生产的需求,因此,准确、快速测定硅铁中碳含量有非常重要的意义。测定样品中碳含量的快速方法一般为高频感应燃烧红外吸收法[2-7]。本文对高碳硅铁的助熔剂种类及用量、称样量进行了实验,在无高碳硅铁标准样品的情况下,通过配制混合标样进行回收率实验,验证了方法的准确性。

1 实验部分

1.1 主要设备与材料

高频红外碳硫仪:CS800型,德国埃尔特公司;电子天平:BSA224S-CW型,感量为0.000 1 g,赛多利斯科学仪器(北京)有限公司;陶瓷坩埚:Φ25 mm×25 mm,并在1 000 ℃的高温马弗炉中灼烧4 h,冷却后,置于放有变色硅胶的干燥器中保存;纯铁:C型,粒度<1.25 mm,C%<0.000 5%,S%<0.000 5%,醴陵市茶山万财坩埚瓷业有限公司;锡粒:粒度0.425~0.850 mm,C%≤0.000 8%,S%≤0.000 5%,醴陵市茶山万财坩埚瓷业有限公司;钨粒:粒度0.425~0.850 mm,C%≤0.000 8%,S%≤0.000 5%,醴陵市茶山万财坩埚瓷业有限公司;高纯氧气:纯度>99.95%,作载气;氮气:纯度>99.5%,作动力气;碳化硅标准样品:YSBC 28688—2021,碳含量标准值为30.21%,山东省冶金科学研究院有限公司;硅铁标准样品:YSBC 18601—08,碳含量标准值为0.19%,重庆钢铁股份公司钢铁研究所;无水高氯酸镁;二氧化碳吸收剂;镀铂硅胶。高碳硅铁试样:试样在105~110 ℃鼓风干燥箱内干燥2小时,点取不少于30 g试样研磨,并全部通过0.075 mm筛子。

1.2 分析原理

试样在氧气流中通过高频感应炉加热、燃烧,生成的混合气体除尘后先通过二氧化硫红外吸收池检测,然后除硫,再将CO转化成CO_2,最后流经CO_2红外吸收池检测,由计算机计算出碳元素含量。

1.3 实验方法

称取一定量样品于陶瓷坩埚中,加入适量助熔剂,按仪器操作说明书进行测定。扣除空白值后,对碳工作曲线校正后,仪器自动计算出高碳硅铁中的碳含量。

2 结果与讨论

2.1 称样量与助熔剂实验

高频感应燃烧红外吸收法一般使用纯铁、锡粒、钨粒、铝粉等作为助熔剂[8],可以提高试样的燃烧温度,或降低试样的熔点,从而加速试样燃烧,提高CO_2和SO_2释放率。

试样称样量过多,试样燃烧不充分,检测结果偏低;称样量过少时,检测结果的代表性差。

本实验使用纯铁、锡粒和钨粒作为助熔剂,按表1中称样量和助熔剂量进行正交实验。从表1结果可知,称样量为0.10 g,纯铁助熔剂量为1.50 g,锡粒助熔剂量为0.30 g,钨粒量为1.50 g时燃烧效果较好。

表1 称样量与助熔剂量正交实验表

序号	称样量/g	纯铁量/g	锡粒量/g	钨粒量/g	燃烧效果
1	0.10	0.50	0.10	1.00	燃烧不完全
2	0.20	0.50	0.20	1.50	燃烧不完全
3	0.30	0.50	0.30	2.00	燃烧不完全
4	0.30	1.00	0.10	1.50	燃烧不完全
5	0.10	1.00	0.20	1.00	燃烧不完全
6	0.20	1.00	0.30	1.00	燃烧不完全
7	0.20	1.50	0.10	1.00	燃烧不完全
8	0.30	1.50	0.20	1.00	燃烧不完全
9	0.10	1.50	0.30	1.50	燃烧完全
10	0.10	1.00	0.20	2.00	燃烧不完全

2.2 称样量优化实验

分别称取0.06 g、0.08 g、0.10 g、0.12 g、0.15 g高碳硅铁试样,在纯铁助熔剂量为1.50 g、锡粒助熔剂量为0.30 g、钨粒量为1.50 g的条件下实验,结果见表2。从表2结果可知,称样量在0.06~1.20 g范围内,碳含量检测结果稳定,精密度良好。考虑称样量较少时,称量带来的误差较大、检测结果的代表性差等因素,确定试样称样量在0.08~1.20 g范围内为宜。

2.3 纯铁助熔剂量优化实验

在称样量一致,锡粒助熔剂量为0.30 g和钨粒量为1.50 g条件下,分别加入1.30 g、1.50 g、1.70 g

纯铁助熔剂进行高碳硅铁试样碳含量检测,结果见表3。从表 3 结果可知,纯铁助熔剂加入量在1.50 ~1.70 g 范围内,碳含量检测结果稳定,精密度良好。

表 2　不同称样量碳含量检测结果

称样量/g	碳含量检测值/%	均值/%	最大值/%	最小值/%	极差/%	S	RSD/%
0.06	21.554 1,21.490 5,21.279 1,21.722 6,21.463 4	21.501 9	21.722 6	21.279 1	0.443 5	0.160 2	0.75
0.08	21.301 4,21.395 5,21.160 3,21.431 4,21.259 1	21.309 5	21.431 4	21.160 3	0.271 1	0.108 5	0.51
0.10	21.406 7,21.276 4,21.355 1,21.384 4,21.298 4	21.344 2	21.406 7	21.276 4	0.130 3	0.055 5	0.26
0.12	21.307 4,21.659 6,21.413 9,21.383 0,21.519 2	21.456 6	21.659 6	21.307 4	0.352 2	0.136 6	0.64
0.15	17.693 0,18.546 7,20.971 5,18.989 6,19.197 9	19.079 7	20.971 5	17.693 0	3.278 5	1.205 0	6.32

表 3　不同纯铁助熔剂量碳含量检测结果

纯铁量/g	碳含量检测值/%	均值/%	最大值/%	最小值/%	极差/%	S	RSD/%
1.30	21.395 9,21.098 4,19.780 9,20.895 1,21.451 9	20.924 4	21.451 9	19.780 9	1.671 0	0.678 1	3.24
1.50	21.406 7,21.276 4,21.355 1,21.384 4,21.298 4	21.344 2	21.406 7	21.276 4	0.130 3	0.055 5	0.26
1.70	21.219 1,21.229 7,21.126 8,21.490 8,21.219 1	21.257 1	21.490 8	21.126 8	0.364 0	0.137 1	0.65

2.4　钨粒助熔剂量优化实验

在称样量和纯铁助熔剂量一致,锡粒助熔剂量为0.30 g 条件下,分别加入 1.30 g、1.50 g、1.70 g 钨粒助熔剂进行高碳硅铁试样碳含量检测,结果见表4。从表 4 结果可知,钨粒助熔剂加入量在1.30 ~1.50 g 范围内,碳含量检测结果稳定,精密度良好。

表 4　不同钨粒助熔剂量碳含量检测结果

钨粒量/g	碳含量检测值/%	均值/%	最大值/%	最小值/%	极差/%	S	RSD/%
1.30	21.462 9,21.368 9,21.429 7,21.438 7,21.317 9	21.403 6	21.462 9	21.317 9	0.145 0	0.059 1	0.28
1.50	21.406 7,21.276 4,21.355 1,21.384 4,21.298 4	21.344 2	21.406 7	21.276 4	0.130 3	0.055 5	0.26
1.70	20.012 0,19.591 6,16.682 0,21.046 9,21.380 9	19.742 7	21.380 9	16.682 0	4.698 9	1.860 6	9.42

2.5　精密度实验

在确定的最佳实验条件下,对另一高碳硅铁试样的碳含量连续测定 12 次,计算测定结果的标准偏差和相对偏差,结果见表5。由表5 可知,测定结果的标准偏差为0.142 9,相对标准偏差为0.59%,满足化学分析结果相对标准偏差(RSD) <5% 的要求。

表 5　精密度实验结果

测定值/%						平均值/%	S	RSD/%
23.902 4	24.124 5	24.225 6	23.964 2	24.201 2	24.112 9	24.130 4	0.142 9	0.59
24.258 4	24.061 7	24.384 6	24.168 0	23.941 8	24.219 2			

2.6　回收率实验

因市场上无高碳硅铁标准样品在售,故选用碳化硅标准样品 + 硅铁标样样品的合成标样进行回收率实验,测定结果见表6。由表6 数据可知,样品回收率在 99.16% ~ 100.34%,符合满足回收率95% ~105% 的要求。

表6 回收率实验结果(质量分数) %

碳值合成方案	碳合成值	碳测定值	回收率
YSBC 28688—2021 的碳化硅标准样品 0.040 0 g + YSBC 18601—08 硅铁标样样品 0.060 0 g	12.198 0	12.095 6	99.16
YSBC 28688—2021 的碳化硅标准样品 0.080 0 g + YSBC 18601—08 硅铁标样样品 0.020 0 g	24.206 0	24.287 9	100.34

3 结束语

高频感应燃烧红外吸收法测定高碳硅铁中碳含量的最佳分析条件以 1.50 ~ 1.70 g 纯铁 + 0.30 g 锡粒 + 1.30 ~ 1.50 g 钨粒作为混合助熔剂,按 1.50 ~ 1.70 g纯铁、0.08 ~ 1.20 g 试样、0.30 g 锡粒、1.30 ~ 1.50 g 钨粒的加入顺序,试样熔融状态良好,试样中碳释放完全。本方法操作简单,分析速度快,精密度实验结果的相对标准偏差(RSD)为 0.59%,加标回收率在 99.16% ~ 100.34%,不仅满足化学分析结果相对标准偏差(RSD)<5% 和加标回收率 95% ~ 105% 的要求,还规范了高碳硅铁中碳含量的检测流程,满足了日常生产检测的要求。

参 考 文 献

[1] GB/T 6730.50—2016,铁矿石 碳含量的测定 气体容量法[S].

[2] 鞍山钢铁研究院,沈阳钢铁研究所. 实用冶金分析:方法与基础[M]. 沈阳:辽宁科学术出版社,1990.

[3] 张兴宝,沈永祥,邓玉霞. 红外碳硫分析仪测定硅铁中碳硫[J]. 理化检验:化学分册,2003,39(8):347 -348.

[4] 张东升. 高频燃烧 - 红外吸收法测定铁矿石中的硫[J]. 冶金分析,2005,25(6):91 -92.

[5] 刘瑾,刘凯. 高频燃烧 - 红外吸收法测定煤及焦炭中硫含量[J]. 冶金分析,2008,28(2):75 -77.

[6] 夏丽娟. 利用红外碳硫分析仪测定锰铁中的碳[J]. 齐齐哈尔大学学报,2009(3):38 -39.

[7] 李兰群,尹艳清. 高频感应燃烧 - 红外吸收法测定符合碳硅锰铁合金中碳和硫[J]. 冶金分析,2010,30(6):62 -65.

[8] 曹宏燕. 冶金材料分析技术与应用[M]. 北京:冶金分析出版社,2008.