

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2413—2010

进出口金属硅中总碳和硫含量测定 高频燃烧红外吸收光谱法

Determination of total carbon and sulfur contents of
silicon metal for import and export—Infrared absorption spectrometry

2010-01-10 发布

2010-07-16 实施

中 华 人 民 共 和 国
国 家 质 量 监 督 检 验 检 疫 总 局 发 布

前 言

本标准附录 A 和附录 B 为资料性附录。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国广东出入境检验检疫局。

本标准起草人：陈平、张震坤、梁静、马冰冰。

本标准系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

进出口金属硅中总碳和硫含量测定

高频燃烧红外吸收光谱法

1 范围

本标准规定了进出口金属硅中高频燃烧红外吸收光谱法总碳和硫含量测定的方法。

本标准适用于进出口金属硅中总碳和硫含量的测定。测定范围:C:0.010%~0.50%;S:0.002%~0.02%。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 2881 工业硅

GB/T 4010 铁合金化学分析用试样的采取和制备

3 方法提要

试样于高频感应炉大氧气流中加热燃烧,碳转化成为二氧化碳(或一氧化碳),硫转化成为二氧化硫由氧气引入红外线检测器测量室,检测二氧化碳(或一氧化碳)和二氧化硫对特定波长的红外线吸收能,其吸收能与碳和硫的浓度关系成正比,测得总碳和硫含量。

4 试剂

除非另有说明,仅使用认可的分析纯试剂和蒸馏水或其纯度相当的水。

- 4.1 水煮沸 30 min,冷却到室温,通氧气(4.5)使起泡 15 min,使用时制备。
- 4.2 碳酸钠(基准物质):干燥无水碳酸钠。使用前在 285 °C 烘干 2 h,置于干燥器中冷却。
- 4.3 硫酸钾(优级纯):使用前在 105 °C~110 °C 烘至恒重,置于干燥器中冷却。
- 4.4 高氯酸镁:粒度为 0.7 mm~1.2 mm。
- 4.5 氧气(99.5%以上)。
- 4.6 纯铁助熔剂:碳含量低于 0.001%(质量分数)。
- 4.7 钨锡助熔剂:纯钨锡粉 6 比 4 混合。含碳量低于 0.001%(质量分数)。
- 4.8 碳酸钠标准储存溶液(25 g/L):称取 55.152 g 碳酸钠(4.2),溶解于 200 mL 水中,移入 250mL 容量瓶中,稀释到刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 25 mg 碳。
- 4.9 硫酸钾标准溶液:按表 2 称取硫酸钾(4.3),分别置于 6 个 100 mL 烧杯中,用水溶解,移入 100 mL 容量瓶中,稀释到刻度,混匀。
- 4.10 金属硅标准物质。

5 仪器和设备

- 5.1 高频感应红外碳硫仪。(灵敏度 0.1×10^{-6})。
- 5.2 微量移液管:100 μ L,误差应小于 1 μ L。
- 5.3 锡囊:容积约 0.4 mL,碳含量低于 0.001%(质量分数)。

5.4 瓷坩埚:使用前在有空气或氧气的高温(1 100 °C)灼烧至少 2 h,然后储于干燥器中。

6 取样与制样

6.1 取样

按 GB/T 2881 或 GB/T 4010 的规定取样和制样。

6.2 预干燥试样的制备

试样粒度通过 0.149 mm 筛孔直径,用磁铁吸去铁粉。充分混匀试样,缩分法取样。在 105 °C ± 2 °C 烘干 2 h,保存于干燥皿中备用。

7 分析步骤

7.1 仪器工作参数

参见附录 A。

7.2 试料

7.2.1 称样量:0.15 g~0.2 g,准确至 0.001 g。

7.2.2 称样方法:先称 1.000 g ± 0.001 g 纯铁助熔剂垫坩埚底,再按(7.2.1)称试料于坩埚中间,试料上面再覆盖 1.200 g ± 0.001 g 钨锡助熔剂。

7.3 空白实验

仪器分析前的准备参见附录 B。按下列分析方法重复做空白实验:将锡囊放在瓷坩埚(5.4)中,轻轻地压在坩埚底部,加 1.000 g ± 0.001 g 纯铁助熔剂(4.6),加 1.200 g ± 0.001 g 钨锡助熔剂(4.7),测定碳或硫量,得出碳和硫的空白值。求出其中三次测量的空白平均值(m_1)。三次空白值的偏差应不超过 0.001%。如果这些值差别很大,需要找出原因消除污染源。

7.4 碳标准系列配制

7.4.1 制备碳标准系列

分取碳酸钠标准储存溶液(4.8)到 6 个 250 mL 容量瓶中,用水稀释到刻度,混匀。用微量移液管(5.2)各移取 100 μL 稀释液到 6 个锡囊上,于 90 °C 烘干 2 h,在干燥器中冷却到室温。由此得到碳含量校准系列样品,见表 1。

表 1 碳校准系列的制备

标准溶液体积 mL	稀释溶液中的碳量 mg/mL	锡囊中的碳量 mg	样品中的含碳量 %
0	0	0	0.000
2.0	0.20	0.020	0.010
4.0	0.40	0.040	0.020
10.0	1.00	0.100	0.050
20.0	2.00	0.200	0.100
40.0	4.00	0.400	0.200

7.4.2 碳标准系列的测定

加 1.000 g ± 0.001 g 纯铁助熔剂(4.6)于瓷坩埚(5.4)底部,分别轻压 6 个锡囊到坩埚底部纯铁之上,加盖 1.200 g ± 0.001 g 钨锡助熔剂(4.7),燃烧,测定含碳量,每个碳量级别至少进行三次实验,用适当标准样进行系统线性调节,检查校准后的线性关系,如必要,还可进一步校准工作曲线。

7.4.3 建立碳校准曲线

校准系列的各个测定读数减去空白值得到实际读数,绘制这些读数与对应碳量的校准曲线。先进

仪器可利用空白扣除技术建立校准曲线,然后直接进行样品中碳的测定。

7.5 硫标准系列配制

7.5.1 制备硫标准系列

按表 2 分取硫酸钾标准溶液(4.9)到 6 个 250 mL 容量瓶中,用水稀释到刻度,混匀。用微量移液管(5.2)各移取 50 μ L 稀释液到 6 个锡囊上,于 90 $^{\circ}$ C 慢慢蒸发烘干,在干燥器中冷却到室温。由此得到硫含量校准系列样品,见表 3。

表 2 硫酸钾标准溶液中硫浓度

硫标准溶液号	硫酸钾量/g	硫的浓度/(mg/mL)
1	0.217 4	0.40
2	0.543 4	1.00
3	1.086 9	2.00
4	1.902 2	3.50
5	2.717 2	5.00
6	4.347 5	8.00

表 3 硫校准系列的制备

硫标准溶液号	硫含量/ μ g	试样中硫含量/%
水	0	0.000
1	2	0.001 0
2	5	0.002 5
3	10	0.005 0
4	20	0.010
5	40	0.020
6	80	0.040

7.5.2 硫标准系列的测定

加 1.000 g \pm 0.001 g 纯铁助熔剂(4.6)于瓷坩埚(5.4)底部,分别轻压 6 个锡囊到坩埚底部纯铁之上,加盖 1.200 g \pm 0.001 g 钨锡助熔剂(4.7),燃烧,测定含硫量,每个硫量级别至少进行三次实验,用适当标准样进行系统线性调节,检查校准后的线性关系,如必要,还可进一步校准工作曲线。

7.5.3 建立硫校准曲线

校准系列的各个测定读数减去空白值得到实际读数,绘制这些读数与对应硫量的校准曲线。先进仪器可利用空白扣除技术建立校准曲线,直接进行试料测定。

7.6 试料分析

加 1.000 g \pm 0.001 g 纯铁助熔剂(4.6)于瓷坩埚(5.4)底部,加入约 0.15 g(\pm 0.001 g)试料,然后按空白实验的操作程序(7.3)进行测定。

8 分析结果的计算

从校准曲线上查出试料的分析数据对应的毫克数,按公式(1)计算碳或硫的质量分数:

$$X = \frac{(m_0 - m_1) \times 100}{G} \times 10^3 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X——总碳或硫的质量分数,%;

m_0 ——试料中总碳或硫含量,单位为毫克(mg);

m_1 ——空白中总碳或硫含量,单位为毫克(mg);

G ——试料的质量,单位为克(g)。

计算结果保留三位有效数字。

9 精密度

金属硅中总碳和硫含量测定结果的重复性和再现性如表 4 规定。

表 4 方法精密度

%

测定元素	水平范围(质量分数)	重现性 r	再现性 R
碳	0.020~0.50	$r=0.001\ 29+0.064\ 4m$	$R=0.002\ 46+0.062\ 6m$
硫	0.002~0.020	$r=-0.000\ 288+0.214m$	$R=-0.000\ 109+0.264m$

附 录 A
(资料性附录)
仪器的工作参数

- A.1 高频感应炉功率:一般大于 2 500 W。
- A.2 氧气流量:3 t/min。
- A.3 碳和硫最短分析时间:一般 45 s,短周期 25 s。

附 录 B
(资料性附录)
仪器分析前的准备

B.1 仪器的准备

用无水碳酸钙、高氯酸镁和碱石棉来净化氧气装置,用玻璃过滤器或不锈钢网捕集灰尘,必要时清洗和更换;需要时及时清扫和吸除炉膛、基座杆、过滤器沾附的粉尘,除去生成的氧化物;

按推荐分析工作条件设定技术参数,按厂家推荐时间开机预热,使仪器的各部件达到稳定。

B.2 分析前的准备

应先选择几个与分析试样相似的样品,经燃烧分析以稳定仪器。

B.3 仪器的校准

选择碳含量接近校准系列中最高碳量的金属硅标准物质,也可选用金属硅标准样品校准,按分析方法测定其含碳量至少三次,测量结果应在容许误差内,确认系统的线性,否则应重新调节系统的线性。也可使用基准物质配制碳标准系列,建立标准曲线进行校准。

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
进出口金属硅中总碳和硫含量测定
高频燃烧红外吸收光谱法

SN/T 2413—2010

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 10 千字

2010年3月第一版 2010年3月第一次印刷

印数 1—1 600

*

书号: 155066·2-20546 定价 16.00 元



SN/T 2413—2010