

# ATC013 固体无机材料中碳硫分析技术 考核与培训大纲

CSTM 合格评定 试验人员能力专业委员会 全国分析检测人员能力培训委员会(NTC)

文件编号: ATC013/A:2024-1

发布日期: 2024年5月1日

# 1 总则

# 1.1目标

了解固体无机材料中碳硫分析技术基本概念及基础理论知识;熟悉固体无机 材料中碳硫测定仪组成结构及工作原理;具备固体无机材料中碳硫分析的实际操 作能力;掌握固体无机材料中碳硫分析技术在相关领域的应用。

#### 1.2适用范围

本大纲适用于固体无机材料中碳、硫分析技术的考核与培训。固体无机材料主要是各种金属(黑色金属、有色金属及铁合金等)及非金属(包括冶金、地质及石油等行业中能在氧气中燃烧或分解成 CO2 和 SO2 的各种材料)。

# 1.3 应具备通用基础知识

# 1.3.1 通用基础

具备无机化学、分析化学、有机化学及物理化学的基础知识。

#### 1.3.2 分析测试基本操作

具备化学分析实验的基本操作能力, 具备实验室一般仪器和设备的操作能力。

# 1.3.3 数据处理基础知识

具备数据统计处理和误差理论的基础知识。

#### 2 技术要求

# 2.1 ATC 013-1 固体无机材料中碳硫分析技术基础术语

# 2.1.1 概念

掌握固体无机材料中碳硫分析技术基本概念。

(1) 固体无机材料中碳分析方法的概念及特点

固体无机材料经过前处理后,通过在氧气流中燃烧,将碳转化成二氧化碳和少量一氧化碳,并随同其它杂质一并提取出来。去除其它杂质干扰后,碳以适宜的方法获得检测。

(2) 固体无机材料中硫分析方法的概念及特点

固体无机材料经过前处理后,通过在氧气流中燃烧,将硫转化成二氧化硫,并随同其它杂质一并提取出来。去除其它杂质干扰后,硫以适宜的方法获得检测。

## 2.1.2 术语

掌握固体无机材料中碳硫分析技术相关的技术用语。

- (1) 总碳、非化合碳、不溶性(游离)碳、有机碳;
- (2) 总硫、全硫、有效硫:
- (3) 助熔剂、催化剂、氧化剂、吸收剂;
- (4) 高频感应加热:
- (5) 库仑法 (脉冲电流、脉冲电量数、阴极、阳极、参比电极);
- (6) 气体容量法 (温度及气压校正);
- (7) 非水滴定(非水溶剂、分散剂);
- (8) 红外吸收、郎伯-比尔定律:
- (9) 色层分离:
- (10) 分析延迟时间、比较水平、最大分析时间、最小分析时间。

#### 2.1.3 基本原理

掌握固体无机材料中碳硫分析技术基本原理。

- 2.1.3.1. 提取原理(高频炉、电阻炉、电弧炉)
  - (1) 高频振荡的工作原理:
  - (2) 高频感应加热原理:
  - (3) 电阻炉的加热原理:
  - (4) 电弧炉的工作原理。

# 2.1.3.2. 检测原理

- (1) 红外吸收光谱原理:
- (2) 库仑法分析原理:
- (3) 气体容量法原理;
- (4) 中和滴定原理(包括非水滴定):
- (5) 碘酸钾滴定法及碘量法原理;
- (6) 色层分离原理:
- (7) 重量法原理。

#### 2.1.4 考核方式

书面考核

#### 2.2 ATC 013-2 固体无机材料中碳硫测定仪器设备与操作

# 2.2.1 仪器的基本构成

掌握固体无机材料中碳硫测定仪基本构成、各个部件的主要用途及特点。

# 2.2.1.1 加热炉系统

- (一) 高频炉系统构成
- (1) 高频振荡器:
- (2) 感应线圈;
- (3) 燃烧室;
- (4) 氧枪;
- (5) 炉子升降机构。
- (二) 电阻炉系统构成
- (1) 加热及控制元件:
- (2) 燃烧管。
- (三) 电弧燃烧炉系统构成
- (1) 燃烧室;
- (2) 电弧引燃装置;
- (3) 顶样装置。

# 2.2.1.2 检测系统

- (一) 红外检测系统构成
- (1) 红外光源;
- (2) 调光器;
- (3) 滤光片;
- (4) 气室:
- (5) 传感器;
- (6) 信号处理及输出。
- (二) 气体容量法检测装置
- (1) 蛇形管;
- (2) 量气管;
- (3) 水准瓶;
- (4) 吸收器。

- (三) 重量法检测装置
- (1) 分析天平:
- (2) 电阻炉:
- (3) 吸收器。
- (四) 非水滴定法检测装置
- (1) 滴定管:
- (2) 吸收器。
- (五) 燃烧碘量法检测装置
- (1) 滴定管:
- (2) 吸收器。
- (六) 库仑滴定法检测系统
- (1) 电解池;
- (2) 电极;
- (3) 搅拌器;
- (4) pH 控制和计数器。
- 2.2.1.3 气路系统
  - (1) 载气(净化、气流控制、灰尘过滤):
  - (2) 动力气 (高频红外系统):
  - (3) 典型气路系统(气源、压力调节、净化、气流控制、灰尘过滤)。
- 2.2.1.4 仪器系统控制及软件

系统分析过程控制,流量控制,温度控制,信号采集及处理,应用软件。

2.2.2 仪器校准与检定。

了解仪器校准与检定规程、期间核查等项要求,掌握正确选择及使用标准物质进行日常分析时仪器的校准。

# 2.2.3 仪器操作技术

掌握所用仪器操作技术包括开机和关机,仪器软件使用,仪器操作条件优化,干扰校正操作,质量控制(仪器检出限、灵敏度,测试结果重复性和准确度),操作安全规范及注意事项。

#### 2.2.4 仪器维护

# ATC013 固体无机材料中碳硫分析技术与培训大纲

掌握仪器各个系统和部件的日常维护, 软件的维护, 常见故障的判断及解决。

- 2.2.5 考核方式
- 2.2.5.1 书面考核
- 2.2.5.2 实际操作考核

# 2.3 ATC 013-3 固体无机材料中碳硫分析标准方法与应用

- 2.3.1 黑色金属材料领域碳硫的分析标准方法与应用
- 2.3.1.1 基本要求及术语

了解黑色金属材料领域碳硫分析技术的基本要求,掌握黑色金属材料领域测试方面的相关知识和相关术语。

2.3.1.2 黑色金属样品的前处理

掌握样品前处理过程和方法、所需的试剂及设备、注意事项。

2.3.1.3 分析方法

掌握黑色金属材料领域碳硫分析方法适用范围、具体分析步骤、结果计算、方法要点及操作中应注意的问题。

- 2.3.2 有色金属材料领域碳硫的分析标准方法与应用
- 2.3.2.1 基本要求及术语

了解有色金属材料领域碳硫分析技术的基本要求,掌握有色金属材料领域测试方面的相关知识和相关术语。

2.3.2.2 有色金属样品的前处理

掌握样品前处理过程和方法、所需的试剂及仪器设备、注意事项。

2.3.2.3 分析方法

掌握有色金属材料领域碳硫分析方法适用范围、具体分析步骤、结果计算、方法要点及操作中应注意的问题。

- 2.3.3 铁合金材料领域碳硫的分析标准方法与应用
- 2.3.3.1 基本要求及术语

了解铁合金材料领域碳硫分析技术的基本要求,掌握铁合金材料领域测试方面的相关知识和相关术语。

2.3.3.2 铁合金样品的前处理

# ATC013 固体无机材料中碳硫分析技术与培训大纲

掌握样品前处理过程和方法、所需的试剂及设备、注意事项。

# 2.3.3.3 分析方法

掌握铁合金材料领域碳硫分析方法适用范围、具体分析步骤、结果计算、方法要点及操作中应注意的问题。

- 2.3.4 非金属材料领域碳硫的分析标准方法与应用
- 2.3.4.1 基本要求及术语

了解非金属材料领域碳硫分析技术的基本要求,掌握非金属材料领域测试方面的相关知识和相关术语。

2.3.4.2 非金属样品的前处理

掌握样品前处理过程和方法、所需的试剂及设备、注意事项。

2.3.4.3 分析方法

掌握非金属材料领域碳硫分析方法适用范围、具体分析步骤、结果计算、方法要点及操作中应注意的问题。

- 2.3.5 考核方式
- 2.3.5.1 书面考核
- 2.3.5.2 实际样品考核

#### 2.4 ATC 013-4 碳硫分析结果的数据处理

- 2.4.1 红外吸收法
- 2.4.1.1 碳硫计算参数及定义
- 2.4.1.2 碳硫测定结果的数据处理及计算方法
- 2.4.1.3 碳硫分析法中检出限与精密度(重复性限 r、再现性限 R、CD95—两次以上测量结果情况下的临界极差)、准确度等指标的定义及确定方法。
- 2.4.1.4 掌握不确定度定义、分类及表示方法,分析结果不确定度的表示,了解各 类不确定度的评定。
- 2.4.2 库仑法
- 2.4.2.1 碳计算参数及定义
- 2.4.2.2 碳测定结果的数据处理及计算方法

- 2.4.2.3 碳分析法中检出限与精密度(重复性限 r、再现性限 R、CD95—两次以上测量结果情况下的临界极差)、准确度等指标的定义及确定方法。
- 2.4.2.4 掌握不确定度定义、分类及表示方法,分析结果不确定度的表示,了解各 类不确定度的评定。
- 2.4.3 重量法
- 2.4.3.1 碳硫计算参数及定义
- 2.4.3.2 碳硫测定结果的数据处理及计算方法
- 2.4.3.3 碳硫分析法中检出限与精密度(重复性限 r、再现性限 R、CD95—两次以上测量结果情况下的临界极差)、准确度等指标的定义及确定方法。
- 2.4.3.4 掌握不确定度定义、分类及表示方法,分析结果不确定度的表示,了解各 类不确定度的评定。
- 2.4.4 气体容量法
- 2.4.4.1 碳计算参数及定义
- 2.4.4.2 碳测定结果的数据处理及计算方法
- 2.4.4.3 碳分析法中检出限与精密度(重复性限 r、再现性限 R、CD95—两次以上测量结果情况下的临界极差)、准确度等指标的定义及确定方法。
- 2.4.4.4 掌握不确定度定义、分类及表示方法,分析结果不确定度的表示,了解各 类不确定度的评定。
- 2.4.5 碘量法
- 2.4.5.1 硫计算参数及定义
- 2.4.5.2 硫测定结果的数据处理及计算方法
- 2.4.5.3 硫分析法中检出限与精密度(重复性限 r、再现性限 R、CD95—两次以上测量结果情况下的临界极差)、准确度等指标的定义及确定方法。
- 2.4.5.4 掌握不确定度定义、分类及表示方法,分析结果不确定度的表示,了解各 类不确定度的评定。
- 2.4.6 中和法(包括非水滴定法)
- 2.4.6.1 碳硫计算参数及定义
- 2.4.6.2 碳硫测定结果的数据处理及计算方法

- 2.4.6.3 碳硫分析法中检出限与精密度(重复性限 r、再现性限 R、CD95—两次以上测量结 果情况下的临界极差)、准确度等指标的定义及确定方法。
- 2.4.6.4 掌握不确定度定义、分类及表示方法,分析结果不确定度的表示,了解各 类不确定度的评定。
- 2.4.7 考核方式

书面考核

# 3 考核实施说明

- 3.1 考核试题范围为本大纲规定的所有内容
- 3.2 考核包括书面考核和实际操作考核两部分
- 3.3 书面考核
- 3.3.1 书面考核内容
- (1) 技术基础
- (2) 仪器设备与操作
- (3) 标准方法与应用
- (4) 分析结果的数据处理
- 3.3.2 书面考核试题类型

书面考核试题的类型包括选择题、判断题、填空题、问答题和计算题。

- 3.3.3 书面考核为开卷考试。
- 3.3.4 书面考核总分 100 分制, 85 分为及格分数。
- 3.4 实际操作考核
- 3.4.1 实际操作考核包括仪器设备实际操作考核和实际样品考核两部分。
- 3.4.2 仪器设备实际操作考核
- (1) 仪器设备实际操作考核由考核教师根据相关细则考核评定;
- (2) 仪器设备实际操作考核评分等级: 通过, 不通过。
- 3.4.3 实际样品考核

实际样品考核采取盲样测试考核或利用能力验证结果的办法。

- (1) 盲样测试考核的样品由考核中心发放:
- (2) 考生在实验室独立测试,填写完整的原始记录和报告单,报出结果;
- (3) 实际样品考核成绩的等级:通过.不通过。

# ATC013 固体无机材料中碳硫分析技术与培训大纲

- 1) 考核的样品如为有指定值的样品,将报出结果与指定值比较,按相关标准要求判定;
- 2) 其他样品由考核教师根据相关标准/规定要求判定。
- 3.4.4 实际操作考核的综合成绩由考核教师根据仪器设备实际操作考核和实际样品 考核综合判定:两项均通过的为通过,其中任何一项未通过则为不通过。
- 3.5 所有考生应遵守《检测人员考核管理程序》中规定的《考场规则》,违反者将取消考核资格和成绩。