

文章编号 :1000-7571(2003)01-0053-02

红外吸收法测定钼铁中碳、硫

赵 宇,宋立伟*

(鞍山钢铁集团公司化检验中心,辽宁鞍山 114021)

摘 要 :应用高频红外碳硫仪,建立了钼铁合金中碳硫测定方法,对选择适当的测定条件如助熔剂、分析时间等进行了探讨,最佳测定条件:最大工作电流为 400mA,载气流速为 3L/min,载气(氧气)纯度为 99.99%,陶瓷坩埚需经 1100℃灼烧 2h 后,可使空白降至最小,C 元素最短分析时间为 30s,比较水平为 1.00,S 元素最短分析时为 40s,比较水平为 5.00。

关键词 :高频红外吸收法;钼铁;碳;硫

中图分类号 :O657.33 文献标识码 :B

钼铁合金中的碳硫成分多采用管式炉气体容量法分析,对分析人员技术要求较高,且分析时间较长。本文采用高频红外吸收法,样品能够完全燃烧,碳硫释放完全,可以迅速、准确地测定钼铁合金中碳硫含量。同时用仪器测定,操作简单,易于掌握,确保了结果的快速、准确。

1 实验部分

1.1 仪器和试剂

CS-444 红外碳硫分析仪(美国 LECO 公司)。

瓷坩埚(湖南醴陵茶山坩埚厂生产)。

助熔剂:LECOCEL II HP(美国 LECO 公司);

高氯酸镁:LECO501-171;

碱石棉:LECO502-174;

钼铁标样:BH0314-2、BH0314-4;

氧气 纯度 99.99%。

1.2 实验方法

1.2.1 试样的处理:将钼铁样品经破碎、筛分、摇磨后,过 150 目筛。

1.2.2 分析操作:按仪器操作手册开机、预热、检漏、使仪器处于正常稳定状态。

空白试验:称取 1.0g 纯铁助熔剂,其它助熔剂与试样测定相同,重复足够次数,将最低的、较稳定一致的三次结果的平均值输入分析参数空白栏,以便自动扣除空白值。

校正试验:用钼铁标样 BH0314-2 和 BH0314-4 依次进行校正,得出新的校正系数,然后再进

行试样分析。

测定:在已预先处理的去除皮重的坩埚中,称取 1.0g 左右试样,输入样品质量,加入 0.8g LECOCEL II HP 助熔剂,按自动方式进行测定。

2 结果与讨论

2.1 测试条件

2.1.1 工作电流:将最大工作电流控制在 400mA,试样燃烧效果好且结果稳定。

2.1.2 载气流速:在稳定的条件下,当载气的流速在 2.7~3.2L/min 内变化时,对测量结果无明显影响。本文选择 3L/min。

2.1.3 最短分析时间和比较水平:最短分析时间和比较水平对测量结果有一定影响,通过观察时间-相对浓度的吸收峰值,最后选择 C 元素最短分析时间为 30s,S 元素最短分析时间为 40s,C 元素比较水平为 1.00,S 元素比较水平为 5.00。

2.1.4 载气(氧气)纯度:氧气纯度对分析质量分数 < 100 μ g/g 的碳有一定影响,但 CS-444 碳硫红外仪有氧气净化装置,对氧气纯度要求不高,本文选择氧气的纯度为 99.99%,氮气纯度对本实验没有太大影响。

2.1.5 瓷坩埚:陶瓷坩埚除原料及制作过程中带来的空白外,还具有一定的吸附性,表面容易吸附空气中的水分、CO₂ 和 SO₂,其中的水分在燃烧时,吸收一定的热量汽化后,能吸收 SO₂,降低 SO₂ 的转化率^[1],试验表明,坩埚内所含杂质多,严重影响分析结果,故将坩埚置于马弗炉内,在 1100℃灼烧 2h,取出稍冷,放置于无油的干燥器中

备用(放置时间不宜超过 4h)可使空白降至最小。

2.2 精密度试验

2.1.6 助熔剂:若助熔剂所带来的空白高且不稳定将直接影响分析结果,本文采用美国 LECO 公司生产的 LECOCEL II HP 助熔剂。

按上述确定的最佳条件、分析方法,进行精密度试验,用两种钼铁标样连续各测 10 次,结果见表 1,测定误差符合国家标准。

表 1 测定结果

Table 1 Determination results

样品 Sample	元素 Element	标准值 Certified	测量值 Found	平均值 Average	国标允差 Allowance	偏差 Deviation
BH0314-4	C	0.058	0.0573 0.0578 0.0558 0.0579 0.0579	0.0575	0.002	0.0011
			0.0562 0.0595 0.0578 0.0586 0.0565			
BH0314-4	S	0.075	0.0752 0.0756 0.0732 0.0769 0.0756	0.0752	0.003	0.0014
			0.0733 0.0759 0.0772 0.0758 0.0735			
BH0314-2	C	0.097	0.0960 0.0966 0.0964 0.0959 0.0967	0.0971	0.003	0.0012
			0.100 0.0972 0.0968 0.0974 0.0968			
BH0314-2	S	0.072	0.0733 0.0721 0.0724 0.0709 0.0726	0.0720	0.003	0.0010
			0.0699 0.0721 0.0725 0.0714 0.0729			

参考文献:

[1] 赵修海,朱恒芳.理化检验(化)[J],1996,32(1):24.

Determination of carbon and sulfur in ferromolybdenum by high frequency-infrared absorption method

ZHAO Yu, SONG Li-wei

(Centre of Chemical and Physical Test, Anshan Iron and Steel Complex, Anshan 114021, China)

Abstract: A rapid method for the determination of carbon and sulfur in ferromolybdenum by using high frequency-infrared absorption was presented, the analytical conditions have been discussed, such as flux, analytical time. The conditions of measurement were as follows: work current was 400mA; flow capacity of carrying gas was 3L/min; purity of oxygen was 99.99%; analytical period was 30s for carbon and 40s for sulfur. The results obtained were satisfactory.

Key words: high frequency-infrared absorption method; ferromolybdenum; carbon; sulfur

全国地球化学分析学术报告会 X 射线光谱分析研讨会 征 文 通 知

为促进我国分析技术,特别是地球化学分析技术的学术交流,增进分析化学家们的互相了解,推动分析测试技术的进步,中国地质学会拟于 2003 年 5 月在北京召开全国地球化学分析学术报告会和 X 射线光谱分析研讨会。

会议将重点邀请国内外知名专家和学者,对分析科学及相关领域的研究进展进行评述,报告最新研究成果。同时亦热忱欢迎广大分析工作者和专家投稿,参会并交流经验。对有价值的论文,将由《岩矿测试》杂志择优发表。

全国地球化学分析学术报告会主要包括:

- (1) 各种分析测试技术的进展与评述
- (2) 地质样品中的主、次、痕量元素分析方法研究
- (3) 同位素地球化学研究;
- (4) 有机与形态地球化学分析
- (5) 环境地球化学分析
- (6) 大陆科学钻探与现场分析技术
- (7) 信息与计算机技术。

X 射线光谱分析研讨会主要包括:

- (1) X 射线探测技术的最新发展、原理与应用
- (2) 偏振 X 射线荧光分析技术
- (3) 常规能量色散 XRF 技术的现状、应用与局限
- (4) 小型与原位 X 射线荧光分析仪研制进展
- (5) 激光 X 射线荧光分析技术
- (6) 基体校正与化学计量学研究现状
- (7) 样品制备技术
- (8) XRF 应用:文物考古、生物医学、环境等。

会议由中国地质学会岩矿测试专业委员会和国家地质实验测试中心承办。对做主题发言的国内外知名专家的报告题目与安排将在以下网站发布:

Website: <http://www.ccsd.org.cn/division/fluid/>; **联系人:** 罗立强, 吴晓军, 甘露; **传真:** 010-68352872; **电话:** 010-68995793; **地址:** 北京百万庄大街 26 号国家地质实验测试中心 100037。

中国地质学会
2002 年 12 月 12 日