

CS-800 红外碳硫分析仪测定合金钢中的碳和硫

柳轶男^① 姜立强^a 张书菊^a 刘志强^a

(北京化工大学北方学院 河北省三河市燕郊经济技术开发区迎宾北路 45 号 065201)

^a(皇明太阳能股份有限公司检测技术中心 山东省德州市经济开发区太阳谷大道 253000)

摘要 研究了碳硫分析在不同钨助熔剂加入量及不同分析时间的条件下所得碳、硫元素含量,首次结合分析曲线验证最佳条件,并对碳、硫分析可能存在的误差进行浅析。

关键词 钨助熔剂加入量; 分析时间; 分析曲线

中图分类号: O657.33

文献标识码: B

文章编号: 1004-8138(2011)04-1958-05

1 引言

随着科技快速发展以及科研生产的需求增多,红外碳硫分析仪的应用也越来越广泛,它可以快速、准确地检测金属、陶瓷、矿石、玻璃等物质中的碳、硫含量,且操作简便。颜正国^[1]等利用红外碳硫分析仪检测 1900°C 下所合成的 B4C-C 复合粉体中的碳元素含量。骆艳华^[2]等制备了不同含硫量的四氧化三锰、二氧化锰、硫酸锰混合物后,用高频红外碳硫分析仪分析各混合物中的硫含量。林光西等^[3]通过高频-红外碳硫仪测定硫铁矿中的碳含量。此外,红外碳硫分析仪还被用来测定水泥中的碳、硫含量。

红外碳硫分析仪的工作原理,如图 1 所示:待测试样置于高频炉(或管式炉)中,在助熔剂的作用下,通氧燃烧,生成的二氧化硫和二氧化碳分别被导入硫检测池和碳检测池。二氧化碳和二氧化硫对红外线有选择性吸收,符合朗伯-比耳定律,通过测量吸收强度,间接确定待测试样中碳、硫元素的百分含量^[4-6]。

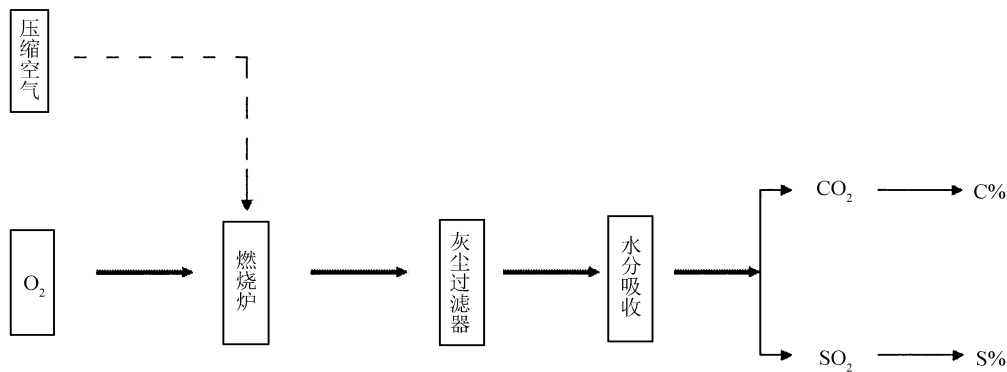


图 1 红外碳硫分析仪原理图

① 联系人, 电话: (0316) 3380139; E-mail: lynnliu619@gmail.com

作者简介: 柳轶男(1984—),女,山东省德州市人,硕士,主要从事原材料化学成分的检测工作。

收稿日期: 2010-11-30; 接受日期: 2011-03-01

2 实验部分

2.1 仪器与试剂

CS 800 红外碳硫仪(北京纳克分析仪器有限公司); CP 64 电子天平(德国赛多利斯集团); 坩埚 $\Phi 25\text{mm} \times \Phi 25\text{mm}$ (北京纳克分析仪器有限公司)。

助熔剂: 纯钨粒 20—40 目(山东省冶金科学研究所); 标样(合金钢, 455): 碳含量为 0.08%(中国鞍钢钢铁研究所), 硫含量为 0.027%(中国鞍钢钢铁研究所)。

助燃气: 氧气纯度: $\geq 99.99\%$, 210—420Pa, 207—414kPa; 压缩空气: 420—630Pa, 414—620kPa; 电源: 230V(交流电) $\pm 10\%$, 50/60Hz。

2.2 参数选择

分析时间为 30、50、70s, 后来根据所得实验数据, 增加了 40s。

钨助熔剂加入量为 1.5g(助熔剂与标样质量比为 5:1)、1.2g(助熔剂与标样质量比为 4:1)、0.9g(助熔剂与标样质量比为 3:1)、0.6g(助熔剂与标样质量比为 2:1)、0.3g(助熔剂与标样质量比为 1:1)、0.15g(助熔剂与标样质量比为 1:2)、0.05g(助熔剂与标样质量比为 1:6)、0.03g(助熔剂与标样质量比为 1:10), 后来根据所得实验数据, 增加了 0.4g 和 0.5g。

2.3 试样中碳、硫分析

预热仪器: 打开压缩空气和氧气瓶阀, 主电源开关扳到位置 2。打开计算机中的测试软件。预热仪器 15min。

空白样测试: 将空白坩埚放于炉子坩埚托上, 按 F5 键, 炉子托盘上升关闭, 进行分析实验。再按以上步骤重复操作一次。

标样测试: 将空白坩埚放于天平上, 稳定后清零。加入所定加入量的助熔剂钨粒后清零。再加入一定质量的标准样(300 \pm 10mg), 按 F4 键或手动输入数字。把坩埚移到炉子坩埚托上, 按 F5 键, 托盘上升关闭, 进行分析实验。

3 结果与讨论

3.1 分析时间

在分析过程中, 分析时间持续过长或过短都会导致分析精度的下降^[7]。

钨助熔剂加入量为 1.2g 时, 改变分析时间, 所得标样碳、硫元素百分含量如表 1 和表 2 所示。

表 1 钨助熔剂加入量为 1.2g, 不同分析时间所测碳元素百分含量

分析时间 (s)	C 测量值 1 (%)	C 测量值 2 (%)	C 测量值 3 (%)	平均值 (%)
30	0.0749	0.0794	0.0797	0.0780
40	0.0808	0.0806	0.0798	0.0804
50	0.0799	0.0797	0.0810	0.0802
70	0.0788	0.0835	0.0813	0.0812

表 2 钨助熔剂加入量为 1.2g, 不同分析时间所测硫元素百分含量

分析时间 (s)	S 测量值 1 (%)	S 测量值 2 (%)	S 测量值 3 (%)	平均值 (%)
30	0.0233	0.0193	0.0218	0.0215
40	0.0265	0.0261	0.0273	0.0266
50	0.0269	0.0270	0.0273	0.0271
70	0.0272	0.0278	0.0278	0.0276

所用标样碳元素含量: 0.08%, 硫元素含量: 0.027%。分析时间分别设定为 30s、50s、70s, 进行实验后得出, 50s 一组较接近标样值, 碳元素测得值为 0.0802%, 硫元素测得值为 0.0271%。再进一步将分析时间设定为 40s, 实验得到碳元素测得值为 0.0804%, 硫元素测得值为 0.0266%。比较数据来看, 分析时间为 50s 的一组最接近标样值, 即准确性相对最高。

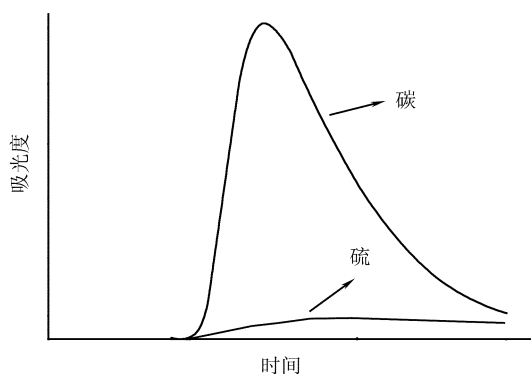


图 2 钨助熔剂加入量为 1.2g, 分析时间为 30s 时, 碳硫定性分析曲线

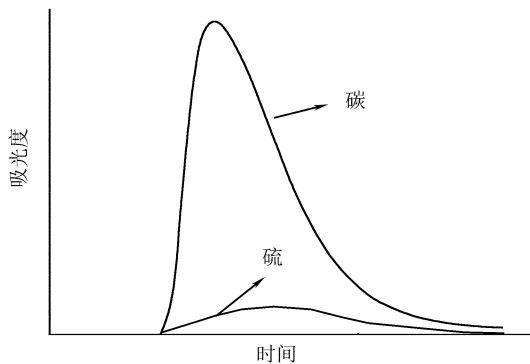


图 3 钨助熔剂加入量为 1.2g, 分析时间为 40s 时, 碳硫定性分析曲线

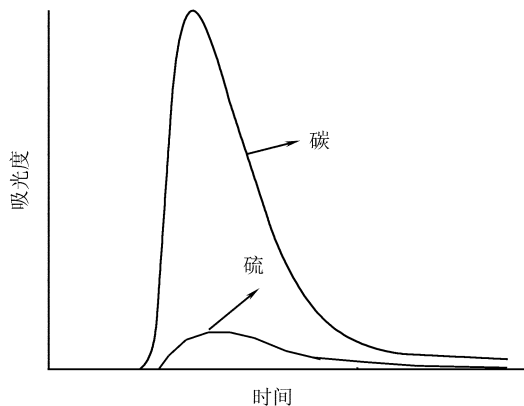


图 4 钨助熔剂加入量为 1.2g, 分析时间为 50s 时, 碳硫定性分析曲线

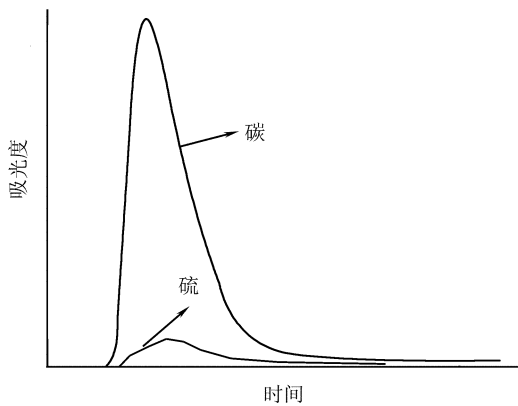


图 5 钨助熔剂加入量为 1.2g, 分析时间为 70s 时, 碳硫定性分析曲线

从碳、硫分析曲线中, 也可以看出分析时间对碳、硫分析的影响。如图 2—5, 分析时间为 30s 时, 曲线后期并未延伸完全, 戛然而止, 试样燃烧不充分; 分析时间为 70s 时, 曲线早已趋于平稳, 说明试样完全燃烧无需 70s 如此长的时间; 图 3 和图 4 差别不大, 相比较而言, 当分析时间设置为 50s 时, 燃烧更加完全。

3.2 助熔剂钨粒的加入量

在碳、硫分析中, 助熔剂是不可或缺的。加入一定量的助熔剂, 一方面可降低待测试样的熔点, 使其易于燃烧, CO_2 和 SO_2 能顺利逸出; 另一方面助熔剂在氧气流中氧化燃烧, 能放出大量的热, 提高炉温, 进而有助于试样燃烧。钨粒在大于 650°C 时通氧就开始氧化, 并放出 195.8kJ/mol 的热量^[8], 它具有发热值高, 熔透气性好, 燃烧时不飞溅, 空白值低等特点。钨粒燃烧后生成三氧化钨, 可

消除硫的吸附,从而保证了碳、硫分析结果的可靠性。

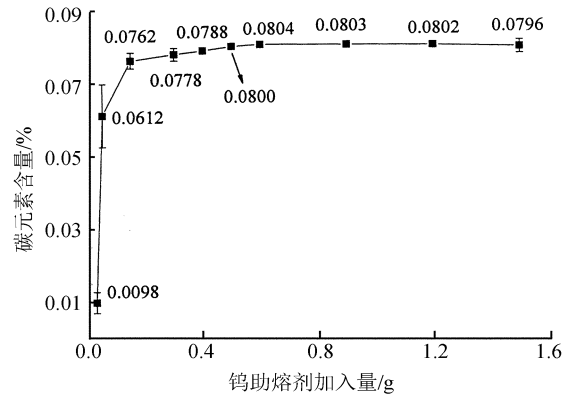


图 6 分析时间为 50s 时,不同钨助熔剂加入量得到的碳元素含量百分比

由图 6 可以看出,当钨助熔剂加入量为 0.03g 和 0.05g 时,所测碳元素含量与标样(碳元素含量 0.08%)相差很大,分别为 0.0098%、0.0612%。钨助熔剂含量为 0.5、0.6、0.9、1.2、1.5g 时,结果与标样碳元素含量较为接近,分别为 0.0800%、0.0804%、0.0803%、0.0802%、0.0796%。

由图 7 可以看出,当钨助熔剂加入量为 0.03g 和 0.05g 时,试样中的硫元素含量不能准确地被检测出,只得到微量。当钨助熔剂加入量高于 0.6g 时,所测硫元素含量数值在 0.027% (标样中硫元素含量)上下起伏很小,并在 1.5g 时得到最接近的测得值 0.0271%。

综上所述,一方面考虑节能降耗,另一方面确保待测试样能充分燃烧以得到其碳、硫元素的准确百分比含量,本实验中 0.6g 为钨助熔剂最佳加入量。

3.3 误差分析

实验过程中的误差大致可分为仪器误差、试样误差和分析人员误差 3 种。仪器误差的产生可能是由于对炉子防护罩和坩埚托清理不完全、未及时更换试剂管内试剂(如催化剂氧化铜、吸水剂高氯酸镁)、分析天平未校准等原因造成的,可通过日常及时对仪器维护及保养解决;试样误差主要是在制样、取样过程中出现的误差,例如在钻取过程中钻床有污物、微量杂物等混入到试样中,解决方法是分析人员制样前清洁钻床,对于不合格的试样,重新取样,多次实验;分析人员误差是指由于分析人员操作不当所引入的误差,比如未等天平归零便称取试样,试样掉到坩埚以外等等,因此,分析人员在分析过程中要严格遵循操作规程操作^[9]。

4 结论

通过改变碳、硫分析的分析时间和助熔剂钨粒的加入量,对 $300 \pm 10\text{mg}$ 的标样进行实验,得到最佳分析时间为 50s,最佳钨助熔剂加入量为 0.6g,并首次通过不同分析时间实验所得的分析曲线对实验结果进行验证。

参考文献

- [1] 颜正国,陈伟,于景坤. B4C-C 复合粉体的合成及其在低碳镁碳砖中的应用[J]. 过程工程学报, 2009, 9(5): 1011—1016.
- [2] 骆艳华,郭丽娜,王凡. 含硫四氧化三锰控制试样的制备[J]. 冶金分析, 2009, 29(2): 60—64.
- [3] 林光西,郭凤云. 高频-红外碳硫仪测定硫铁矿中的碳[J]. 分析仪器, 2008, (3): 62—64.
- [4] 高良豪,王江香. ELTRA CS 800 碳、硫分析仪分析时间过长原因浅析[J]. 光谱实验室, 2003, 20(6): 911—912.

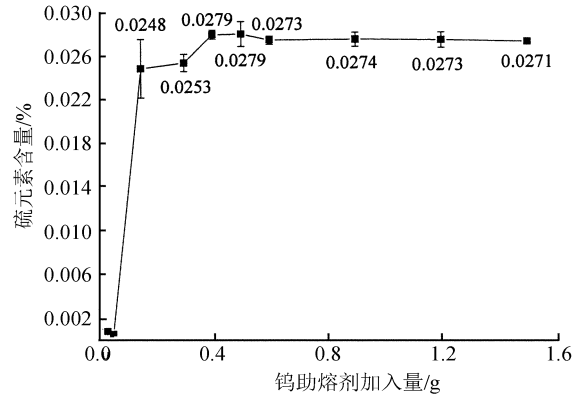


图 7 分析时间为 50s 时,不同钨助熔剂加入量得到的硫元素含量百分比

- [5] 张之果. 高频红外碳硫分析仪异常现象分析[J]. 冶金分析, 1997, 17(6): 49—51.
- [6] 施学成, 朱中权, 唐世豪等. CCS-140 型红外碳硫分析仪[J]. 现代科学仪器, 1991, (4): 22—25.
- [7] 姚洪奎. 红外碳硫分析仪[J]. 上海第二工业大学学报, 1994, (2): 50—55.
- [8] 方少垣. 钨系列助熔剂[J]. 冶金分析, 1990, 10(2): 61—62.
- [9] 张长均, 王蓬, 张之果. 影响高频红外碳硫仪分析结果稳定性因素的探讨[J]. 冶金分析, 2006, 26(6): 90—91.

Determination of Carbon and Sulfur in Alloy Steel by CS-800 Infrared Carbon/ Sulfur Analyzer

LIU Yi-Nan JIANG Li-Qiang^a ZHANG Shu-Ju^a LIU Zhi-Qiang^a

(North College, Beijing University of Chemical Technology, Sanhe, Hebei 065201, P. R. China)

^a(Testing Technology Center of Himin Solar Co., Ltd., Dezhou, Shandong 253000, P. R. China)

Abstract The dosage of tungsten fluxing agent, analytical time and the experiment error in C/S analysis were studied, moreover, the optimal parameters were tested and verified with the analytical curve.

Key words Dosage of Tungsten Fluxing Agent; Analytical Time; Analytical Curve

作者联系人不得是“挂名”的, 其地址不得省略

作者联系人及其地址不得是“挂名”的、“摆设”的, 因为这不仅有作假之嫌, 而且容易造成错误和邮件丢失。联系人地址必须正确、真实、详细地写在论文中相应位置, 写在论文外无效。

某作者联系人只告诉了编辑部他单位所在的城市, 未告知街道名称和门牌号数。确实, 他单位是该城市鼎鼎有名的大单位, 所以编辑部发给他的信每次都能收到, 但是后来给他寄样刊时, 印刷品却被退回了, 邮局在上盖了个戳: 地址不详, 退! 可见, 虽然你单位大名鼎鼎, 但还并不是邮局人人皆知。“退”! 还是一个好运。因为你遇上一个邮局负责任的人, 他毕竟还要花费人力物力来“退”! 也好让人清楚“退”的缘故。若碰上一个不负责任的, 将邮件丢进了垃圾箱。没有收到邮件, 作者就质问编辑部, 我们冤不冤?

有的作者联系人地址只写上他单位的大名, 好像他在单位是大名鼎鼎、人人皆知的。这种邮件, 单位的收发室, 也通常予以退回, 甚至丢进垃圾箱或集中卖废纸。所以, 请作者联系人勿将你单位的详细地址(县、区、街道名称, 门牌号)和你自己的详细地址(院、部、系、室、组)省略——举手之劳, 何乐不为?

以上意见也是邮局对我们的要求。

《光谱实验室》编辑部