

铸造碳化钨中总碳测定的研究

陈平 梁静 伍伟东

摘要：提出了用红外吸收法测定铸造碳化钨中的总碳量.根据正交试验选择了最佳分析条件，助熔剂采用钨锡和铁屑，称样量0.1~0.2g，助熔剂用量2.0g，样品粒度0.108mm左右.用标准加入法进行回收率试验，回收率在98%~105%之间，相对标准偏差为0.4%~1.2%，其误差符合国标要求.此法具有简单快速、准确度高及回收率高的优点.

关键词：铸造碳化钨；总碳测定；红外吸收法

中图分类号：O657.33 **文献标识码：**A

Determination of total carbon in casting tungsten carbide

CHEN Ping, LIANGJing, WU Weidong

(Guangzhou Import & Export Commodity Inspection Bureau, Guangzhou 510655, China)

Abstract: In this paper, the infrared absorptive method is proposed to determine total carbon in casting tungsten carbide. The orthogonal test is adopted to obtain the best analysis conditions. The tungsten-tin powder and iron scraps are used as the slagging medium and its consumption is 2.0g, the sample weight 0.1~0.2g and its size about 0.108mm. The recovery test is conducted by adding different quantity standard carbon. The recovery is 98%~105% and the relative standard deviation 0.4%~1.2%. Results show that the deviation is in line with the requirement for national standard. The method is simpler, faster with accuracy and higher recovery.

Key words: casting tungsten carbide; total carbon determination; infrared absorption

铸造碳化钨作为冶金工业材料出口到西欧、日本、美国等国家和地区，外贸出口合同一般规定检测钨含量和总碳量，国家标准检验方法采用重量法测定总碳，此法周期长，操作复杂，干扰因素较多，分析误差大，不易掌握，不能适应外贸出口检验的需要.目前国内无铸造碳化钨标准样品^[1]，我们采用铸造生铁作标样，用高频燃烧红外吸收法分析测定铸造碳化钨中的碳^[2,3]，通过正交试验对影响分析结果的各种因素进行优化选择，以最佳分析条件制定了出口铸造碳化钨中总碳的红外吸收分析方法.本法测定结果准确性好，精密度高，分析速度快，达到了快速准确的目的.

1 试验部分

1.1 试剂及仪器

助熔剂：纯钨粒、纯铁屑、纯锡粒、钨锡粉。
标准样品：LECO(501-024)铸造生铁标样。
25×25mm瓷坩埚(经1100 灼烧4h，冷却后保存在干燥皿中)；
LECO-CS444型红外碳硫测定仪。

1.2 仪器工作参数

仪器参数见表1，我们选用2号通道进行分析测试。

表1 红外碳硫测定仪的工作参数

Table 1 Working parameters of the infrared instrument for determination of carb on and sulfur

分析常数	1号通道	2号通道	3号通道	4号通道
分析前吹制时间 0～60s	10	10	10	10
分析前等待时间 0～60s	10	5	5	10
碳结果的精度 0～6%	5	4	4	4
分析碳最短时间10～225s	40	35	35	35
碳比较水平0～100%	2.00	2.00	2.00	3.00
碳校正值 0.1～6.0	1.3939	1.2636	1.2953	1.4553
碳空白值 -1.0～1.0	0.00000	0.0000	0.00000	0.00064
碳红外池范围 0=low 1=high	low	high	high	high

2 试验方法

2.1 正交试验

根据铸造碳化钨的物理特性和红外碳硫仪的分析指标，我们对影响分析结果的主要因素和因素水平进行正交试验，选择最佳燃烧分析条件。

2.1.1 分析条件的选择

根据试验要求，选择样品粒度、称样量、助熔剂种类、助熔剂用量作为正交试验因素，每个因素选三个水平，因素和因素水平编号见表2。

表2 正交试验因素和因素水平编号表

Table 2 Orthogonal test factors and the factor level

水平编号	因素			
	A 样品粒度/mm	B 称样量/g	C 助熔剂种类	D 助熔剂用量/g
1	0.425	0.1	锡粒	1.5
2	0.250	0.3	钨锡	2.0
3	0.180	0.5	铁屑	2.50

2.1.2 正交试验结果

选用正交表 $L_9(3^4)$ ，用碳化钨样品及铸造生铁标样进行试验，正交试验结果见表3，效应计算结果见表4.由表4可知，最优条件组合为 $A_3B_1C_2D_2$ ，即7号试验的综合评分最高。最佳条件为：样品粒度0.180mm，称样量0.1 ~ 0.2g，助熔剂种类为钨锡和铁屑，助熔剂用量2.0g左右.影响分析结果的主次因素依次为：助熔剂用量(D)、称样量(B)、助熔剂种类(C)、样品粒度(A).

表3 正交试验结果
Table 3 Orthogonal test results

试验编号	A 样品粒度	B 称样量	C 助熔剂种类	D 助熔剂用量	试验次数	结果/mg	综合评分
1	1	1	1	1	6	27.5	80
2	1	2	2	2	8	29.2	85
3	1	3	3	3	8	29.9	87
4	2	1	3	2	8	31.0	90
5	2	2	1	3	8	29.2	85
6	2	3	2	1	8	27.5	80
7	3	1	2	2	8	34.1	99
8	3	2	1	3	8	29.2	85
9	3	3	3	1	6	27.5	80

表 4 效应计算结果
Table 4 Effect calculation results

水平	因素的效应值(得分)
----	------------

	A	B	C	D
1	84.0	89.7	83.3	80.0
2	85.0	85.0	88.0	91.3
3	88.0	82.3	85.7	85.6
极差	4.0	7.4	4.7	11.3

2.2 精密度试验

根据正交试验所选的最佳分析条件进行精密度考核，结果见表5.由表5可看出，此方法的重现性较好.

表5 精密度试验结果
Table 5 Test results of precision

试验样品	测定值/%	平均值/%	标准值/%	相对标准偏差/%
LECO501-024 铸造生铁标样	3.32 , 3.30 , 3.35 , 3.34 , 3.36 , 3.31 3.33 , 3.30 , 3.35 , 3.33 , 3.31	3.33	3.34	0.6
2号铸造碳化钨 样品(粒度 0.850mm)	3.89 , 3.83 , 3.93 , 3.84 , 3.84 , 3.74 3.89 , 3.85 , 3.86 , 3.83 , 3.85	3.85	3.85	1.2
BH2007-3 铸造生铁标样	3.14 , 3.13 , 3.07 , 3.11 , 3.12 , 3.09 3.10 , 3.11 , 3.08 , 3.09 , 3.13	3.11	3.11	0.7
BH2006-3 铸造生铁标样	3.05 , 3.09 , 3.10 , 3.05 , 3.07 , 3.08 3.12 , 3.11 , 3.05 , 3.07 , 3.10	3.08	3.08	0.8
1号铸造碳化钨 样品(粒度 0.075mm)	3.91 , 3.90 , 3.93 , 3.90 , 3.89 , 3.92 3.93 , 3.90 , 3.90 , 3.88 , 3.91	3.91	3.91	0.4

2.3 回收率试验

用标准加入法进行回收率试验.在0.100g碳化钨样品中加入标准碳量(铸造生铁或标钢)，准确称取标样0.100g，将0.100g分析重量输入程序中，按所选分析条件测定总碳量，计算回收碳量和回收率，结果见表6.从表6看出，此方法的准确度较高.

表 6 回收率试验结果
Table 6 Results of recovery test

试验号	碳化钨中碳量/mg	加入碳量/mg	测定值/mg ¹⁾	回收量/mg	回收率/%
1	38.4	4.0	42.6	4.2	105
2	38.4	12.6	50.8	12.4	98.4
3	38.4	21.8	59.8	21.4	98.2
4	38.4	33.4	71.4	33.0	98.8

1)为三次测定的平均值

3 结果与讨论

3.1 分析试样的粒度

正交试验表明，分析样品粒度小于0.180mm较为合适.若采用原样品(粒度0.850mm)直接用本方法进行测定，分析结果波动较大.其原因是在燃烧熔融较完全的条件下，由于样品粒度较大，含碳量不均匀所致.

3.2 分析试样的用量

正交试验的结果表明，分析试样的最佳用量为0.1g.在其它条件相对固定时，若试样量大于0.3g时，易燃烧产生结块、气泡及熔融不完全，使检测结果偏低；若试样量小于0.1g时，因分析天平所产生的误差，分析结果不够稳定，精密度较差，达不到试验要求的精密度〔4〕.因此选择试样量为0.1~0.2g.

3.3 助熔剂的种类

根据正交试验选择钨锡和铁屑作助熔剂，钨热容较大，可提高熔解温度，铁屑有助熔和导磁性能，锡可加强样品的包裹和流动性，有利于CO₂气体的释放以及防止溅跳，使分析结果较为满意.我们采用铁屑垫坩埚底，中间放样品，上层覆盖钨锡粉的方式熔样.其它助熔剂种类都有不同的缺陷，影响分析结果.

3.4 助熔剂的加入量

为了使样品熔解完全，助熔剂的加入量是重要因素之一.正交试验选择最佳加入量为2g左右，即加入0.7g铁屑和1.3g钨锡粉.如果助熔剂总量小于1.5g时，样品将难于熔解；若助熔剂超过2.5g时，过量的助熔剂产生超高温，易损坏仪器的清扫轮刷和燃烧管，并且浪费过量的助熔剂.

4 样品分析步骤

4.1 仪器分析步骤

4.1.1 仪器空白的设定

因为铸造碳化钨中总碳量较高(3.4%~4.1%)，空白值对其影响很小，可用校正因数对仪器进行校准，将空白值设置为零.

4.1.2 仪器的校正

- (1)在坩埚(经1100 灼烧4h冷却)中加入0.7g铁屑垫底.
- (2)称取约0.15g(准确至0.001g)铸造生铁标样，输入程序中.
- (3)用1.3g钨锡粉覆盖标样.

(4)将坩埚置于感应炉中进行燃烧测定分析,连续测定三次,检查精密度〔4〕,如有超差,按照(1)~(4)步骤继续进行测定分析.

(5)用仪器的校正程序(手动或自动)进行校正.

4.2 样品测定

(1)在坩埚中(以1100℃灼烧4h冷却)加入0.7g铁屑.

(2)称取约0.15g(准确至0.001g)待测碳化钨样品,输入分析程序中.

(3)用1.3g钨锡粉覆盖样品.

(4)将坩埚置于感应炉中进行燃烧测定分析,可自动打印出结果.

5 结论

本法采用钨锡和铁屑作助熔剂,试样量0.1~0.2g,助熔剂用量2.0g,样品粒度0.108mm左右,通过高频燃烧红外吸收法测定碳化钨中的总碳,加料回收率为98%~105%,相对标准偏差为0.4%~1.2%,具有分析速度快,准确度高等优点.此法可用于其它有色金属和铁合金的碳硫测定.

作者简介:陈平(1956-),男,广东潮安人,大学本科,工程师.

作者单位:广东进出口商品检验局,广东 广州510655

参考文献

[1] GB2967+89,铸造碳化钨.

[2] 株州冶炼厂ed.,有色冶金中元素的分离与测定.北京:冶金工业出版社,1994.329.

[3] JIS1301,铁合金分析方法通则.

[4] GB5124.1-85,硬质铁合金燃烧重量法总碳的精度.

收稿日期:1998-05-11