

文章编号: 1003-7837(2000)01-0075-04

# CS-444 红外碳硫分析仪空白值的研讨

肖红新<sup>1</sup>, 陈平<sup>2</sup>

(1. 广州有色金属研究院分析测试研究中心, 广东 广州 510651;

2. 广东商检局, 广东 广州 510655)

**摘要:** 通过对 CS-444 碳硫分析仪空白的来源、测量和计算方法, 以及空白值与助熔剂、坩埚、助燃气体和气路等因素的关系的研讨, 提出了降低和稳定空白值的一些具体方法。

**关键词:** 碳; 硫; 红外吸收式分析仪器; 空白值

**中图分类号:** O652.2

**文献标识码:** A

碳硫的经典分析法是重量法和容量法。这些方法速度慢、时间长、劳动强度大, 而且效果差。Leco 公司生产的 CS-444 红外测定仪弥补了这些不足, 对低碳硫和难熔金属的分析更显其优越性。CS-444 系统由微机控制, 适用于金属、矿石、陶瓷以及其它材料高低碳硫的测定。CS-444 系统主要包括测量装置(787-300)及 HF-400 感应炉(777-400), 内附电子天平和微机系统, 具有四个独立测量通道和三个测量红外池。因空白值与许多因素有关, 此仪器无法消除空白值的影响。如果测微量碳硫不扣除空白值, 将造成很大误差, 所以对空白值的研讨具有重要意义。

## 1 空白值的来源、测量及计算方法

### 1.1 空白值的来源

空白值是试样不存时, 由实验环境和实验试剂于相同的分析条件下所得的测量结果。在 CS-444 分析过程中, 分析气路、助熔剂、助燃气、坩埚等实验环境和实验试剂都能带来空白值<sup>[1]</sup>。

### 1.2 空白值的测量方法和计算方法

测量空白值一般要与分析试样的测量条件一致。CS-444 空白值的测量有两种方法: 标准空白法和手动空白法。标准空白法就是首先测量一个已知碳硫值(质量分数小于 0.001%)的标准样品, 在分析条件下得其测量值, 那么, 空白值 = 测量值 - 标准值。手动空白法就是在同样的分析条件下不加试样所得测量值, 即为空白值。但在实际工作中, 由于样品的碳硫含量及其熔融性不同, 分析条件有所不同。例如, 对高含量及熔融性差的试样, 取样要少一点; 对于手动

空白法测量的空白值一般按称样 1g 计算,这样,测量值与实际空白值有一定的差异,其空白值通过下式求得:

空白值=测量空白值× $\frac{1.0}{\text{试样质量(g)}}\cdot$

2 空白值与各因素的关系

2.1 仪器与试剂

CS-444 碳硫分析仪(美国 LECO 公司).  
坩埚:进口(LECO 公司)和国产(湖南醴陵坩埚厂);25 mm×25 mm.  
助熔剂:高纯钨粒(中国冶金技术公司), $w_C<0.001\%$ , $w_S<0.005\%$ ;纯铁(冶金钢铁研究总院), $w_C<0.002\%$ , $w_S<0.002\%$ ;纯锡(云南锡业公司研究所), $w_C<0.0008\%$ , $w_S<0.0002\%$ .  
助燃气:普氧(99.9%),高纯氧(99.99%).  
动力气:氮气.

2.2 空白值与各因素的关系

表 1 单一助熔剂的空白值

Table 1 Blank value for single fluxing agent

助熔剂	质量/g	$w_C/\%$	$w_S/\%$
钨	1.028	0.00025	0.0000
铁	1.062	0.00068	0.0064
锡	1.028	0.00084	0.0000

表 2 混合助熔剂的空白值

Table 2 Blank value for mixed fluxing agent

助熔剂	质量/g	$w_C/\%$	$w_S/\%$
钨铁	W 1.078	0.00147	0.00185
	Fe 1.052		
钨锡	W 1.082	0.00048	0.0000
	Sn 1.022		
铁锡	Fe 1.032	0.00206	0.00187
	Sn 1.022		

表 3 氧气纯度与空白值的关系

Table 3 Relation between purity of O<sub>2</sub> and blank value

助熔剂	氧气纯度	$w_C/\%$	$w_S/\%$
钨	普氧	0.00135	0.0094
钨	高纯氧	0.0000	0.0000

表 4 空白值与测定日期的关系

Table 4 Relation between blank value and date of determination			
空白值	测定日期		
	1998—10—01	1998—12—20	1999—03—02
$w_C/\%$	0.00182	0.00189	0.00142
$w_S/\%$	0.00083	0.00087	0.000049

表 5 空白值与通道的关系(W+Fe 助熔剂)

Table 5 Relation between blank value and channel(W+Fe fluxing agent)				
空白值	1 通道	2 通道	3 通道	4 通道
$w_C/\%$	0.00182	0.00089	0.00100	0.00087
$w_S/\%$	0.00023	0.00073	0.00070	0.00064

表 6 空白值与坩埚的关系

Table 6 Relation between blank value and crucible						
空白值	进口坩埚			国产坩埚		
	未处理	一次处理	二次处理	未处理	一次处理	二次处理
$w_C/\%$	0.00654	0.00201	0.00105	0.00944	0.00241	0.00109
$w_S/\%$	0.00127	0.00112	0.00087	0.00138	0.00123	0.00098

表 7 空白值与干燥剂及飞灰多少的关系

Table 7 Relation between blank value and desiccant/ash				
空白值	干燥剂有效	干燥剂失效	燃烧炉清扫后	燃烧炉清扫前
$w_C/\%$	0.00242,0.00242	0.00201,0.00211	0.00241,0.00242	0.00363,0.00355
$w_S/\%$	0.00121,0.00122	0.0000,0.0000	0.00120,0.00122	0.00215,0.00222

由表 1~7 中数据可知:空白值主要来源于助熔剂、坩埚、助燃气和分析气路,空白值的大小和稳定性受干燥剂和燃烧管中灰尘的影响,随着通道和测定日期的不同而不同.

3 如何降低和稳定空白值

(1)由操作引入空白值的因素主要有三个:助熔剂、坩埚及助燃气.要想降低空白值,必须选用空白值小的助熔剂、坩埚和纯氧气.钨是空白值最小的助熔剂,由于室温高加速钨粒表面环境中 CO<sub>2</sub> 的吸附,所以使用前钨粒应在 200℃ 马弗炉中灼烧 4 h,自然冷却后于干燥器中保存.对于空白值要求更低的,可以使用二次处理的坩埚、第二次通氧,并在 1100℃ 灼烧 2h.氧气采用二次净化,第一次在助燃气进入仪器前,用高效干燥剂进行处理;进入仪器后,用 MgClO<sub>4</sub> 和碱饱和土第二次除水及 CO<sub>2</sub>,这对超低碳硫的测定有明显的效果.

(2)干燥剂要保持干燥,才能有效地消除水对测量的影响.因为  $\text{CO}_2$  和  $\text{SO}_2$  易溶于水中,生成  $\text{H}_2\text{CO}_3$  和  $\text{H}_2\text{SO}_3$ ,而且  $\text{H}_2\text{O}$  蒸气和  $\text{SO}_2$  对红外光有接近的吸收线,对硫含量的测量造成干扰.

(3)燃烧炉要保持清洁.在实际工作中发现,仪器工作时间长、分析潮湿的或碳硫含量高的试样,系统的空白值将增大.原因是在熔融过程中产生粉状的碱性氧化物和水蒸气,它们对气体均有较强的吸附力,使分析结果偏低;而待吸附达到饱和,又逐渐慢慢放出,使分析结果偏高.为了保持空白值的稳定,必须经常清洁炉子、管道和过滤器.

(4)为了保证空白值的代表性,空白补偿最好是三次平行测定的平均值,并且必须考虑分析试样与测量空白具有同时性.每次添加助熔剂时要力求精确称取,特别对于高空白的 Fe 助熔剂,尤其注意.

(5)对于碳硫含量极低的样品,或某些特殊样品(其燃烧产品对气体有很强的吸附作用),一般用标准空白法求空白值.

#### 参考文献:

- [1] 万秀芝,郁如茶.实用红外分析仪测定超低硫[J].冶金分析,1995,3(15):54.

## Investigation on the blank value of CS-444 infrared carbon and sulfur analyzer

XIAO Hong-xin<sup>1</sup>, CHEN Ping<sup>2</sup>

(1. Analytical Testing Research Center under Guangzhou Research Institute of Non-Ferrous Metals, Guangzhou 510651, China; 2. Guangdong Commodity Inspection Bureau, Guangzhou 510655, China)

**Abstract:** Some concrete methods are put forward for reducing and stabilizing the blank value of CS-444 infrared carbon and sulfur analyzer based on the investigation on the blank value's the sources, measurement and calculation methods, as well as the relations between the blank value and the factors such as fluxing agent, crucible, combustion-supporting gas and gas channel for analysis.

**Key words:** carbon; sulfur; infrared absorption analytical instruments; blank value