

# 高频燃烧红外吸收法测定铸铁中的高碳低硫

肖红新, 庄艾春

(广州有色金属研究院分析检测研究中心, 广东 广州 510651)

**摘 要:** 采用高频燃烧红外吸收法可测定铸铁中的高碳低硫, 测定条件为: 样品粒度小于 0.290 mm; 助熔剂钨 1.5 g, 铁 10 g; 分析时间 C 40 s, S 30 s; 称样量 C 0.2 g, S 0.5 g; 比较水平 C 1%, S 3%。本方法回收率大于 97.5%, 标准偏差小于 0.9%, 且分析手续简单、流程短。

**关键词:** 红外吸收; 铸铁; 碳; 硫

**中图分类号:** O659.2 **文献标识码:** A

碳硫含量是影响铸铁质量的一项重要技术指标<sup>[1]</sup>。测定碳硫的经典方法是化学方法, 如测碳有燃烧库仑滴定法、气体容量法和燃烧重量法等; 测硫有燃烧电导(碘量, 中和)法、光度法、重量法和极谱法<sup>[2]</sup>等。对于中碳中硫的测定, 目前应用红外吸收法较为普遍。此法应用范围广, 不仅速度快, 而且准确度高、灵敏度好。但对于高碳高硫或低碳低硫的测定, 在分析过程中常遇到问题, 如果不控制好条件, 测定结果很容易产生较大的误差。为此, 我们探讨了用 CS-444 碳硫分析仪测定铸铁中高碳低硫的方法。

## 1 试验部分

### 1.1 仪器和试剂

LECO CS-444 碳硫分析仪; 25 mm×25 mm 陶瓷坩埚(使用前在 1100℃灼烧 4 h)。助熔剂: 纯钨粒、纯铁粒、纯锡粒; 铸铁标样 GBW01119 ( $w(\text{C})=3.5\%$ ,  $w(\text{S})=0.013\%$ ); 生铁标样 81350 ( $w(\text{C})=3.26\%$ ,  $w(\text{S})=0.035\%$ )

### 1.2 条件试验

#### 1.2.1 分析时间的选择

在相同的通道、助熔剂、试样质量和比较水平的条件下, 选择不同的分析时间对同一样品进行测定。根据测量结果作分析时间与测量结果的关系曲线, 如图 1 所示。由图 1 可以看出碳完全释放需要 40 s, 硫完全释放需要 30 s。

#### 1.2.2 样品粒度大小的选择

收稿日期: 2000-03-01

作者简介: 肖红新 (1972-), 男, 湖南邵东人, 助理工程师, 学士。

对 1.651,0.290,0.074 mm 三种粒度的同一样品在同一条件下进行测定,结果表明:粒度 1.651 mm 的样品燃烧后,表面不光滑,气体释放不完全,测量结果偏低;粒度 0.290 mm 与粒度 0.074 mm 的样品均能充分燃烧,结果也比较稳定.从制样难度来考虑,取样品粒度小于 0.290 mm.

1.2.3 分析比较水平的选择

比较水平是指仪器在判定积分结束时,碳硫含量水平的基准.对一般样品而言,比较水平一般设为 3%,这意味积分曲线拖尾部分低于样品含量 3%的曲线不必积分.但对于高碳高硫或低碳低硫这种设置是不合理的.对于高碳而言,拖尾严重,比较水平设为 1%,否则结果偏低.对于铸铁中的硫,比较水平可设为 3%.

1.2.4 助熔剂的选择

分别进行一元、二元、三元助熔剂试验,试验表明:采用单一钨助熔剂时,试样燃烧不完全,碳硫的测定结果不稳定;采用钨锡助熔剂时,硫释放较单一钨助熔剂略有好转,但拖尾延时严重;采用钨铁助熔剂时,试样继续燃烧,碳硫释放完全.当采用钨锡铁三元混合助熔剂时,试样也能完全燃烧,但从空白值及试验成本来考虑,选钨铁二元助熔剂就可以了.

1.2.5 试验样量及助熔剂用量

试样过多,碳释放不完全,拖尾严重;试样过少,称样时误差增大,结果不稳定.助熔剂过少,试样不能充分燃烧;助熔剂过多,燃烧过于激烈,试样飞溅严重,容易损伤燃烧管.为了选择二元助熔剂的最佳用量及试样的最佳质量,将试样质量、纯钨质量、纯铁质量设计成一个三因素的正交试验.通过试验,获得测定碳的最佳条件为:试样量 0.2 g,钨 1.5 g,铁 1.0 g;测定硫的最佳条件为:试样量 0.5 g,其它条件与测碳一致.

2 试验结果

2.1 回收率试验

采用标准加入回收法,在铸铁标样中加入相近含量的生铁标样,在最佳的分析条件下测定,根据测定结果求出回收率.试验结果如表 1 所示.由表 1 可知,回收率大于 97.5%,说明该方法比较可靠.

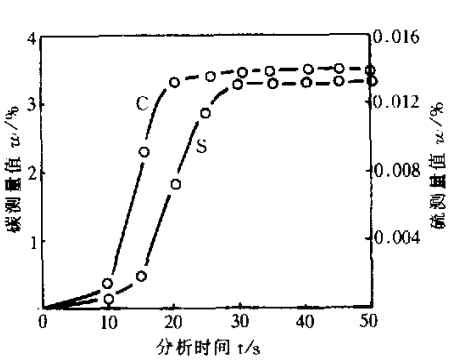


图 1 测量值与分析时间的关系曲线  
Fig. 1 Measured value/analysis time curves

表 1 加料回收试验结果

Table 1 Results of the addition recovery test

| 试验序号 |   | 铸铁标样质量<br>/g | 生铁标样质量<br>/g | 测定结果<br>w/% | 加入量<br>/g | 测定加入量<br>/g | 回收率<br>/% |
|------|---|--------------|--------------|-------------|-----------|-------------|-----------|
| 1    | C | 1.0          | 1.0          | 3.36        | 0.0326    | 0.0322      | 98.8      |
|      | S | 2.5          | 2.5          | 0.0235      | 0.0875    | 0.0865      | 98.9      |
| 2    | C | 1.5          | 0.5          | 3.42        | 0.0163    | 0.0159      | 97.5      |
|      | S | 3.0          | 2.0          | 0.022       | 0.070     | 0.071       | 101.4     |

## 2.2 样品分析

根据试验所得的最佳测定条件进行样品分析,分析结果如表2所示.由表2可以看出结果稳定,精密度高,标准偏差小于0.9%.

表2 样品分析结果  
Table 2 Analysis of the samples

| 样品 | 测定值 $w/\%$ |       |       |       |       | 平均值 $w/\%$ | 标准偏差/ $\%$ |
|----|------------|-------|-------|-------|-------|------------|------------|
|    | 1          | 2     | 3     | 4     | 5     |            |            |
| C  | 3.51       | 3.51  | 3.49  | 3.50  | 3.50  | 3.50       | 0.9        |
| S  | 0.013      | 0.013 | 0.012 | 0.013 | 0.014 | 0.013      | 0.007      |

## 3 结 论

采用高频燃烧红外吸收法,测定铸铁中的高碳低硫,可取得满意的结果.测定条件为:样品粒度小于0.290 mm;助熔剂钨1.5 g,铁1.0 g;分析时间C 40 s, S 30 s;试样量C 0.2 g, S 0.5 g;比较水平C 1%, S 3%.该法可靠,回收率大于97.5%,精密度好,标准偏差小于0.9%,且分析手续简单、流程短.此方法对其它高碳低硫的合金中碳硫的测定有一定的借鉴作用.

### 参考文献:

- [1] 宋余九.金属材料的设计选用预测[M].北京:机械工业出版社,1998.108—132.
- [2] 国家技术监督局标准化局.中华人民共和国国家标准目录及信息总汇[M].北京:中国标准出版社,1993.340—406.

## Determinations of high carbon and low sulfur contained in cast iron by high-frequency combustion infrared absorption method

XIAO Hong-xin, ZHUANG Ai-chun

(Analysis & Testing Research Center, Guangzhou Research Institute of Non-ferrous Metals, Guangzhou 510651, China)

**Abstract:** High carbon and low sulfur contained in cast iron were determined by high-frequency combustion infrared absorption method under the following conditions: the particle size of the sample was less than 0.290 mm; 1.5 g graned tungsten and 10 g grained iron were used as fluxes; for carbon analysis, the analysis time was 40 s, the weighed amount of sample was 0.2 g and the comparison level was 1%; for sulfur analysis, the analysis time was 30 s, the weighed amount of sample was 0.5 g and the comparison level was 3%. The method features simple analysis procedure and short flowsheet, providing a recovery over 97.5% and the standard deviation less than 0.9%.

**Key words:** infrared absorption; cast iron; carbon; sulfur