

高频燃烧红外吸收法测定镍基耐蚀合金中碳和硫

杨晓倩, 谭胜楠, 戚振南, 郭圣洁

(河钢集团钢研总院, 河北石家庄 050000)

摘要:以含量相近的镍基合金标准物质绘制校准曲线,对高频燃烧红外吸收法测定镍基耐蚀合金中碳和硫的实验条件进行了探讨,着重考察了助熔剂的种类及其用量、称样量对测定的影响。结果表明:分别以 0.30 g 纯铜-0.30 g 纯铁和 0.40 g 纯铁-1.50 g 纯钨为助熔剂对碳和硫进行测定时,试样燃烧完全,红外吸收峰型对称、平滑,测得结果的相对标准偏差(RSD)最小。称取 (0.300 ± 0.005) g 试样进行碳和硫的测定,熔融后试样不会外溢且测得结果的相对标准偏差最小。结果表明,碳含量校准曲线线性相关系数 $r=0.9998$,检出限为 0.00012%,定量限为 0.00040%。硫含量校准曲线线性相关系数 $r=0.9999$,检出限为 0.00011%,定量限为 0.00036%。将实验方法应用于 3 个镍基耐蚀合金试样中碳和硫的测定,测得结果分别在 0.0053%~0.156%和 0.0011%~0.0032%之间,测得结果的相对标准偏差(RSD, $n=6$)分别小于 1%和小于 3%。按照实验方法对镍基耐蚀合金试样进行测定,并分别加入不同含量的基准试剂碳酸锂对样品中碳含量进行加标回收实验,加入不同含量的基准试剂硫酸钾对样品中硫含量进行加标回收试验,回收率分别在 95%~104%和 96%~105%之间。

关键词:镍基耐蚀合金;高频燃烧红外吸收法;碳;硫

中图分类号:O659.2

文献标志码:A

文章编号:1000-7571(2020)02-0046-07

镍基耐蚀合金是指以镍为基体,含镍大于 50% (质量分数,下同),具有一定高温强度等综合性能并且能够耐氧化或水溶液介质腐蚀的合金。镍基耐蚀合金按成分又可以分为镍铜合金、镍铬合金、镍钼合金等。镍基耐蚀合金在诸多工业腐蚀环境中具有独特的抗腐蚀性能,被广泛应用于石化、能源、海洋、航空航天等领域^[1]。镍基耐蚀合金中硫元素会通过硫化作用和氧化作用生成硫化氢,并和原油中的环烷酸共同作用弱化其抗腐蚀性能^[2]。碳作为晶界强化元素,关系到镍基耐蚀合金的制备过程,对其化学性能也有影响,因此准确测定镍基耐蚀合金中的碳和硫含量尤为重要。

高频燃烧红外吸收法具有分析速度快、精度高等特点广泛应用于金属材料^[2-4]、矿石^[5-6]中碳和硫的测定。对于镍基合金中的碳和硫含量检测已有标准 GB/T 21931.1—2008《镍、镍铁和镍合金 碳含量的测定 高频燃烧红外吸收法》和 GB/T 21931.2—2008《镍、镍铁和镍合金 硫含量的测定 高频燃烧红外吸收法》,但研究发现采用该方法规定的 1 g 称样

量时,镍基耐蚀合金样品熔融物会有逸出现象。且在国标“助熔剂和促进剂”部分,指出了“铜、纯铁、钨、镍”为常用的促进剂,“锡、铜锡混合,铜和钨”是可以满足实验要求的助熔剂,但并未对具体助熔剂用量做出明确规定。

以异标建立校准,以纯铁和钨锡为助熔剂,高频燃烧-红外吸收法测定镍基合金中碳和硫^[7-8]的方法已有报道。本文在前人工作基础上,对助熔剂种类及其用量、称样量等测定条件进行了优化,以含量相近的镍基合金标准物质绘制校准曲线,建立了高频燃烧红外吸收法测定镍基耐蚀合金中碳和硫的方法。方法用于测定不同工艺制备的镍基耐蚀合金,结果满意。

1 实验部分

1.1 主要仪器及工作条件

CS-600 高频红外碳硫分析仪(美国 LECO 公司),其工作条件如下所示:高纯氧气,纯度在 99.999%以上;氧气工作压力为 0.24 MPa;动力气

收稿日期:2019-08-12

作者简介:杨晓倩(1989—)女,助理工程师,硕士,主要从事化学分析研究工作;E-mail: yangxiaolian@hbisco.com

为氮气,工作压力为 0.28 MPa。高频红外碳硫分析仪设定参数:吹扫时间为 10~15 s,延迟时间为 20 s,功率为 100%,分析时间为 40~50 s,比较器水平为 1~3。

BSA124S 电子天平(德国赛多利斯),灵敏度为 0.1 mg;坩埚:火神牌超低碳陶瓷坩埚(湖南醴陵金利化工厂); $25 \times 25(\varphi \times h, \text{mm})$ 。

1.2 主要试剂与标准物质

钨锡助熔剂 502-173(LECO 公司);纯铁助熔剂(南京博奇分析仪器有限公司): $w(\text{C}) \leq 0.0010\%$, $w(\text{S}) \leq 0.0010\%$;纯铜助熔剂 NCS150013(钢研纳克检测技术有限公司): $w(\text{C}) \leq 0.0010\%$, $w(\text{S}) \leq 0.0007\%$;钨助熔剂 NCS150001(钢研纳克检测技术有限公司): $w(\text{C}) \leq 0.0008\%$, $w(\text{S}) \leq 0.0005\%$;碳酸锂基准试剂(天津红岩化学试剂有限公司);硫酸钾基准试剂(天津科密欧化学试剂有限公司)。

精密合金标准物质 GBW01502(上海钢铁研究所): $w(\text{C}) = 0.0015\%$, $w(\text{S}) = 0.0056\%$;镍基合金标准物质 NIMONIC901(Bureau of Analysed Samples Ltd.): $w(\text{C}) = 0.033\%$, $w(\text{S}) = 0.0028\%$;哈氏合金标准物质 Hastelloy 215X HC5(MBH Analytical Ltd.): $w(\text{C}) = 0.132\%$, $w(\text{S}) = 0.022\%$;耐热合金标准物质 GBW01624(钢铁研究总院,国家钢铁材料测试中心): $w(\text{C}) = 0.40\%$, $w(\text{S}) = 0.0041\%$ 。

1.3 实验方法

1.3.1 坩埚的预处理

将坩埚开口向上依次摆放于马弗炉内,在通入氧气的条件下设定马弗炉温度为 1000℃,恒温 2h,待冷却后放干燥器中保存待用。

1.3.2 助熔剂的预处理

分别称取纯铁、纯钨、纯铜助熔剂各 1.0 g 置于马弗炉内,设置 450℃ 烘烤 2h;称取 1.0 g 钨锡助熔剂置于马弗炉内,设置 200℃ 烘烤 2h。

1.3.3 试样中碳和硫含量的测定

碳含量的测定:称取 (0.300 ± 0.005) g 试样于坩埚中,加入 0.30 g 纯铜助熔剂和 0.30 g 纯铁助熔剂,按设定好的仪器操作步骤进行测定,同时进行空白试验。

硫含量的测定:称取 (0.300 ± 0.005) g 试样于预先加入 0.40 g 纯铁助熔剂的坩埚中,加入 1.50 g 纯钨助熔剂,按设定好的仪器操作步骤进行测定,同时进行空白试验。

2 结果与讨论

2.1 助熔剂的预处理

助熔剂作为实验反应中的要素,其空白含量也对实验结果产生一定影响,助熔剂表面易吸附气体杂质^[9],因此使用前应对其进行预处理。分别称取纯铁、纯钨、纯铜助熔剂各 1.0 g 置于马弗炉内,于 450℃ 烘烤 2h 进行预处理;称取 1.0 g 钨锡助熔剂置于马弗炉内,于 200℃ 烘烤 2h 进行预处理。按照实验方法分别对为未经预处理和经过预处理的助熔剂进行碳和硫的空白测定,结果见表 1。由表 1 可知,经过预处理后,碳和硫空白值均较未经处理时低很多,其中碳空白在 0.00022%~0.00035% 之间,硫空白在 0.00007%~0.00011% 之间。因试样中碳含量的范围是 0.0053%~0.16%,硫含量的范围是 0.0011%~0.0032%,所以经处理后,助熔剂的空白含量可忽略。

表 1 不同助熔剂经预处理前后碳和硫的空白含量

Table 1 The blank value of carbon and sulfur in different flux with and without pre-treatment

助熔剂 Flux	碳空白		硫空白	
	The blank value of carbon		The blank value of sulfur	
	未经预处理	预处理后	未经预处理	预处理后
	Without pretreatment	With pretreatment	Without pretreatment	With pretreatment
纯铁	0.00077	0.00035	0.00032	0.00011
纯钨	0.00071	0.00026	0.00034	0.00012
纯铜	0.00078	0.00022	0.0005	0.00008
钨锡	0.00069	0.00023	0.00021	0.00007

2.2 助熔剂种类

镍基耐蚀合金熔点较高,不加助熔剂时样品无法完全燃烧^[10],所以需添加助熔剂促进其充分燃烧才能保证检测结果的准确性。选用镍基耐蚀合金 Inconel625,分别采用钨锡-纯铁、纯铜-纯铁、纯钨-纯铁-纯钨进行助熔剂的选择试验,样品燃烧后坩埚状况,碳和硫的红外吸收峰情况以及测得结果的相对标准偏差(RSD)见表 2。由表 2 可知,当采用“纯铜-纯铁”助熔时,试样熔融效果较好,碳峰型对称、平滑,碳测得结果的 RSD 最小。这可能是因为与只用纯铁助熔相比,纯铜放在坩埚底层可减轻熔融时爬壁现象^[11],防止了样品飞溅。当采用“纯铁-纯钨”助熔剂时,试样熔融效果较好,硫峰型对称、平滑,硫测得结果的 RSD 最小。这可能是因为纯铁助

表 2 不同助熔剂助熔的试验现象和结果

Table 2 Test phenomenon and the results with different flux

助熔剂 Flux	试验现象 Test phenomenon	红外吸收曲线的情况 Situation of infrared absorption curve	RSD (n=6)	
			C	S
钨锡-纯铁	燃烧不完全, 坩埚内表面有凹坑	碳、硫峰型不平滑。	2.5	2.6
纯铜-纯铁	燃烧完全, 坩埚内表面光滑	碳峰型对称、平滑; 硫峰型不平滑。	0.40	3.0
纯铁	试样飞溅, 坩埚内表面光滑	碳峰型对称, 硫峰型不对称。	2.0	3.7
纯铜	燃烧完全, 坩埚内表面光滑	碳峰型平滑; 硫峰型不对称。	1.7	3.4
纯钨	坩埚内表面有凹坑, 燃烧后粉尘多	碳峰型不稳定; 硫峰型平滑度欠佳, 碳和硫的红外吸收曲线均有拖尾。	1.9	2.3
纯铁-纯钨	燃烧完全, 坩埚内表面无凹坑	碳峰型不对称; 硫峰型对称、平滑。	1.5	0.6

熔增加了试样的导磁性, 再加入纯钨后, 钨燃烧后的氧化物不易与二氧化硫反应, 且挥发出的三氧化钨离开熔池后覆盖在管道中尚存的三氧化二铁上, 阻止了管道对硫的吸附^[12], 弥补了只用纯铁助熔的弊端。因此, 实验选择采用不同的助熔方案来测定碳和硫, 测定碳含量时选用“纯铜-纯铁”助熔剂; 测定硫含量时选用“纯铁-纯钨”助熔剂。

2.3 助熔剂用量

2.3.1 碳的测定

按照实验方法, 选择不同量铜和不同量铁的组合作为助熔剂对镍基耐蚀合金 K-500 进行试验, 结

果见表 3。由表 3 可见, 采用 0.10 g 铜-0.10 g 铁助熔时, 熔样不平滑, 有浅凹坑, 红外吸收曲线有拖尾, 这有可能是因为助熔剂用量过少, 使得试样中的碳释放不完全所致; 采用 0.20 g 铜-0.20 g 铁助熔时, 试样熔融效果有改善, 个别熔样有凹坑, 红外吸收曲线有拖尾; 采用 0.30 g 铜-0.30 g 铁助熔时, 熔样光滑, 并且峰型对称无拖尾, 测定结果的 RSD 最小; 采用 0.40 g 铜-0.40 g 铁助熔时, 试样有飞溅现象, 这可能是因为助熔剂用量加大使得反应过于剧烈所致。实验选择测定碳的助熔剂用量为 0.30 g 铜-0.30 g 铁。

表 3 不同助熔剂用量测定镍基耐蚀合金 K-500 试样中碳时的试验现象和测定结果

Table 3 Test phenomenon and the determination results of carbon in nickel-based corrosion resistant alloy K-500 sample with different mass of flux

试验编号 Test No.	助熔剂质量 Flux mass	熔样现象 Fusion phenomenon	红外吸收曲线的情况 Situation of infrared absorption curve	测定值 Found w/%	RSD (n=6)/ %
1	0.10 g Cu-0.10 g Fe	熔样不平	有拖尾	0.125	3.5
2	0.20 g Cu-0.20 g Fe	个别熔样不平	有拖尾	0.127	1.4
3	0.30 g Cu-0.30 g Fe	熔样光滑	峰型对称无拖尾	0.130	1.0
4	0.40 g Cu-0.40 g Fe	光滑, 熔样飞溅	无拖尾	0.125	3.1

2.3.2 硫的测定

按照实验方法, 选择不同量铁和不同量钨的组

合作为助熔剂对镍基耐蚀合金 K-500 进行试验, 结果见表 4。如表 4 所示, 当选用 0.4 g 铁-1.50 g 钨为

表 4 不同助熔剂用量测定镍基耐蚀合金 K-500 试样中硫时的试验现象和测定结果

Table 4 Test phenomenon and the determination results of sulfur in nickel-based corrosion resistant alloy K-500 sample with different mass of flux

试验编号 Test No.	助熔剂用量 Flux mass	熔样现象 Fusion phenomenon	红外吸收峰的情况 Situation of infrared absorption peak	测定值 Found w/%	RSD (n=6)/ %
1	0.30 g Fe-1.30 g W	熔样不平滑, 有凹坑	曲线不平滑有拖尾	0.0033	3.6
2	0.40 g Fe-1.30 g W	个别熔样有凹坑	曲线无拖尾	0.0035	2.4
3	0.40 g Fe-1.50 g W	熔样光滑	曲线对称无拖尾	0.0037	1.5
4	0.40 g Fe-1.70 g W	熔样光滑, 有粉尘	曲线无拖尾	0.0035	1.6
5	0.50 g Fe-1.70 g W	熔样光滑, 有飞溅, 粉尘多	曲线无拖尾	0.0034	2.6

助熔剂时,熔样光滑,红外释放曲线对称无拖尾,测得结果的 RSD 最小。故实验选择测定硫的助熔剂用量为 0.4 g 铁-1.50 g 钨。

2.4 称样量

称样量太大,试样容易燃烧不完全,使得结果易偏低;称样量太少,称量误差会较大,影响测定结果的稳定性^[13]。国标 GB/T 21931.1—2008 及 GB/T 21931.2—2008 中建议称样量为 1.0000 g,因此,首先以称样量为 1.0 g 进行碳和硫测定试验。结果表

明,当称样量为 1.0 g 时,会造成熔融物逸出。故降低称样量,依次在称样量为 0.10~0.60 g 的范围内对耐蚀合金 Inconel751 进行试验,结果见表 5。由表 5 可见,测量碳时,若称样量在 0.20~0.30 g 之间,测定结果的 RSD 在 2% 以内,相对较小;若称样量在 0.40~0.60 g 之间,测定结果的 RSD 大于 4%,故选定称样量为 0.30 g。测量硫时,若称样量在 0.20~0.30 g 之间,测定结果的 RSD 在 4% 以内,相对较小,故选定称样量为 0.30 g。综上所述,测定碳和硫

表 5 称样量对镍基耐蚀合金中碳和硫测定结果的影响

Table 5 Influence of sample mass on the determination results of carbon and sulfur in nickel-based corrosion resistant alloy

称样量 Sample mass/g	元素 Element	测定值 Found w/%	平均值 Average w/%	RSD/ %
0.10	C	0.0335,0.0318,0.0321,0.0331,0.0304,0.0319	0.0321	3.4
	S	0.00295,0.00283,0.00311,0.00324,0.00298,0.00279	0.0030	5.7
0.20	C	0.0328,0.0321,0.0334,0.0335,0.0338,0.0329	0.0330	1.6
	S	0.00271,0.00295,0.00278,0.00293,0.00286,0.00283	0.0028	3.2
0.30	C	0.0331,0.0324,0.0334,0.0335,0.0338,0.0329	0.0332	1.5
	S	0.00282,0.00289,0.00278,0.00284,0.00279,0.00298	0.0029	2.6
0.40	C	0.0323,0.0315,0.0335,0.0346,0.0316,0.0311	0.0320	4.2
	S	0.00241,0.00253,0.00267,0.00264,0.00264,0.00281	0.0026	5.2
0.50	C	0.0274,0.0301,0.0309,0.0307,0.0294,0.0281	0.0294	4.8
	S	0.00274,0.00261,0.00255,0.00263,0.00288,0.00273	0.0027	4.4
0.60	C	0.0311,0.0294,0.0304,0.0307,0.0292,0.0271	0.0297	4.9
	S	0.00253,0.00249,0.00273,0.00283,0.00265,0.00261	0.0026	4.8

的称样量都选择为 0.30 g。

2.5 校准曲线和检出限

高频燃烧红外吸收法测定碳和硫含量是一种相对测量方法,在量值溯源时,应尽量使用组成相近的同类型标准物质作校准曲线,由于无同牌号标准物质,所以参阅异标校准的文献^[14],选择与试样含量相近的镍基标准物质建立校准曲线,再分析其他镍基标准物质,对校准系数进行确认。选用精密合金标准物质 GBW01502、耐热合金标准物质 GBW01624 建立碳含量的校准曲线,其线性回归方程为 $y = 1.0587x + 0.0006$,相关系数 $r = 0.9998$,检测范围是 0.0015%~0.4%;选用镍基合金标准

物质 NIMONIC901 和哈氏合金标准物质 Hastelloy215X HC5 验证校准曲线的可靠性,结果见表 6。选用镍基合金标准物质 NIMONIC901、哈氏合金标准物质 Hastelloy215X HC5 建立硫含量的校准曲线,其线性回归方程为 $y = 1.0772x + 0.0001$, $r = 0.9999$,检测范围是 0.0028%~0.022%;选用精密合金标准物质 GBW01502、耐热合金标准物质 GBW01624 验证校准曲线的可靠性,结果见表 6。

依次在灼烧过的陶瓷坩埚中加入 0.30 g 纯铜助熔剂、0.30 g 纯铁助熔剂,输入 0.300 g 称样量,连续分析 10 次,以 3 倍空白标准偏差计算得到碳的检出限为 0.00012%,将检出限的 3.3 倍作为定量限,定

表 6 校准曲线验证结果

Table 6 The verification results of calibration curve w/%

元素 Element	标准物质 CRM	标准值 Standard value	测定值 Found
C	NIMONIC901	0.033	0.0318,0.0322,0.0332
	Hastelloy215X HC5	0.132	0.131,0.133,0.131
S	GBW01502	0.0056	0.00522,0.00551,0.00562
	GBW01624	0.0041	0.00409,0.00396,0.00384

量限为 0.00040%。依次在灼烧过的陶瓷坩埚中加入 0.40g 纯铁助熔剂、1.50g 纯钨助熔剂, 输入 0.300g 称样量, 连续分析 10 次, 以 3 倍空白标准偏差计算得到硫的检出限为 0.00011%, 将检出限的 3.3 倍作为定量限, 定量限为 0.00036%。

2.6 精密度试验

分别选取 Monel400、K-500、Inconel725 共 3 个镍基耐蚀合金试样, 按照实验方法连续测定 6 次, 计算碳和硫测定结果的平均值和相对标准偏差, 结果见表 7 和表 8。

表 7 镍基耐蚀合金试样中碳的精密度试验

Table 7 Precision test of carbon in nickel-based corrosion resistant alloy samples

试样编号 Sample No.	测定值 Found w/%	平均值 Average w/%	RSD (n=6)/ %
K-500	0.0831, 0.0824, 0.0825, 0.0839, 0.0835, 0.0843	0.0831	0.77
Monel400	0.157, 0.155, 0.155, 0.156, 0.154, 0.157	0.156	0.78
Inconel625	0.00523, 0.00521, 0.00526, 0.00525, 0.00531, 0.00529	0.0053	0.70

表 8 镍基耐蚀合金试样中硫的精密度试验

Table 8 Precision test of sulfur in nickel-based corrosion resistant alloy samples

试样编号 Sample No.	测定值 Found w/%	平均值 Average w/%	RSD (n=6)/ %
K-500	0.00324, 0.00315, 0.00321, 0.00328, 0.00325, 0.00324	0.0032	1.4
Monel400	0.00108, 0.00106, 0.00112, 0.00109, 0.00112, 0.00109	0.0011	2.1
Inconel625	0.00183, 0.00175, 0.00174, 0.00179, 0.00177, 0.00181	0.0018	2.0

2.7 加标回收试验

按照实验方法, 对镍基耐蚀合金试样 K-500、Monel400 进行测定, 并分别加入不同含量的基准试

剂碳酸锂对试样中碳含量进行加标回收试验, 加入不同含量的基准试剂硫酸钾对试样中硫含量进行加标回收试验, 结果见表 9 和表 10。

表 9 镍基耐蚀合金试样中碳的加标回收试验

Table 9 Recovery test of carbon in the sample of nickel-based corrosion resistant alloy

试样编号 Sample No.	测定值 Found w/%	加标量 Added w/%	测得总量 Total found w/%	回收率 Recovery/%
K-500	0.0831	0.0409	0.122	95
		0.0823	0.167	102
		0.118	0.198	97
Monel400	0.157	0.163	0.251	103
		0.152	0.304	97
		0.261	0.427	104

表 10 镍基耐蚀合金试样中硫的加标回收试验

Table 10 Recovery test of sulfur in the sample of nickel-based corrosion resistant alloy

试样编号 Sample No.	测定值 Found w/%	加标量 Added w/%	测得总量 Total found w/%	回收率 Recovery/%
K-500	0.00323	0.00154	0.00470	96
		0.00333	0.00654	99
		0.00485	0.00825	104
Monel400	0.00108	0.00646	0.00961	99
		0.00101	0.00214	105
		0.00213	0.00322	101

参考文献:

[1] 马国印. 镍和镍合金耐腐蚀性分析[J]. 化工装备技术, 2007, 28(1): 71.

MA Guo-yin. Analysis of corrosion resistance of nickel and nickel alloy [J]. Chemical Equipment Technology, 2007, 28(1): 71.

[2] 王涛, 黄少荣, 张庆桂, 等. 高频燃烧红外吸收光谱法测定

- 铀金属中的碳、硫[J].化学分析计量,2019,28(2):106-110.
- WANG Tao, HUANG Shao-rong, ZHANG Qing-gui, et al. Determination of carbon and sulfur in uranium metals by high frequency combustion infrared absorption spectrometry[J]. Chemical Analysis and Meterage, 2019, 28(2):106-110.
- [3] 郭士光,王忠乐.高频燃烧红外吸收法测定高镍不锈钢中碳硫含量[J].安徽冶金科技职业学院学报,2019,29(1):37-39.
- GUO Shi-guang, WANG Zhong-le. Determination of carbon and sulfur in high nickel stainless steel by high frequency combustion infrared absorption method[J]. Journal of Anhui Vocational College of Metallurgy and Technology, 2019, 29(1):37-39.
- [4] 郑伟,梁清华,魏宏楠,等.高频燃烧红外吸收光谱法测定钆合金中碳[J].中国无机分析化学,2019,9(3):45-47.
- ZHENG Wei, LIANG Qiang-hua, WEI Hong-nan, et al. Determination of carbon in hafnium alloy by high-frequency combustion infrared absorption spectrometry[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2019, 9(3):45-47.
- [5] 付盈盈.高频红外吸收法测定铁矿石中硫[J].冶金与材料(Metallurgical and Material),2019,39(2):143-144.
- [6] 王艳.高频红外吸收法测定铁矿石中高含量硫[J].金属矿山,2008(12):77.
- WANG Yan. Measurement of high content sulfur in iron ore by high frequency infrared absorption method[J]. Metal Mine, 2008(12):77.
- [7] 董海成,王凡,王蕃茜.高频红外吸收法测定蒙乃尔400中的硫[C]//2015全国化学分析计量技术研讨会论文集.青岛:中国仪器仪表学会分析仪器分会,国防科技工业应用化学一级计量站,兵器工业非金属材料理化检测中心,2015,57-59.
- [8] 刘养勤,邵晓东,曲璐璐.高频燃烧-红外吸收光谱法测定高镍耐蚀合金中碳和硫[J].理化检验:化学分册,2010,46(8):895-896,899.
- LIU Yang-qin, SHAO Xiao-dong, QU Lu-lu. High frequency furnace combustion-IR spectrometric determination of carbon and sulfur in high nickel corrosion resistant alloys[J]. Physical Testing and Chemical Analysis Part B: Chemical Analysis, 2010, 46(8):895-896,899.
- [9] 程德翔,徐建平.关于红外吸收法测定钢铁中硫的误差分析[J].冶金分析(Metallurgical Analysis),2001,21(5):69-70.
- [10] 刘淑珍.高频红外碳硫分析助熔剂选择[J].冶金分析(Metallurgical Analysis),1991,11(5):45-47.
- [11] 庄艾春.高频燃烧红外吸收法测定锡锌铅青铜中硫[J].冶金分析,2017,37(4):33-37.
- ZHUANG Ai-chun. Determination of sulfur in tin-zinc-lead bronze by high frequency combustion infrared absorption method[J]. Metallurgical Analysis, 2017, 37(4):33-37.
- [12] 韩俊丽.红外碳硫仪测定无烟煤中硫含量的方法研究[J].甘肃冶金,2017,39(1):111-114.
- HAN Jun-li. Infrared carbon sulfur determination of sulfur content in anthracite improvements[J]. Gansu Metallurgy, 2017, 39(1):111-114.
- [13] 张蓉.高频燃烧-红外吸收法分析高碳铬铁中硫[J].冶金分析,2009,29(10):60-62.
- ZHANG Rong. Determination of sulphur in high carbon ferro-chrome by high frequency combustion infrared absorption method[J]. Metallurgical Analysis, 2009, 29(10):60-62.
- [14] 郑立春,张庸,闫秀芬,等.高频燃烧-红外吸收法测定镍基自熔合金中碳[J].冶金分析,2013,33(11):67-70.
- ZHENG Li-chun, ZHANG Yong, YAN Xiu-fen, et al. Determination of carbon in nickel-matrix self-fluxing alloy by high frequency-infrared absorption method[J]. Metallurgical Analysis, 2013, 33(11):67-70.

Determination of carbon and sulfur in nickel-based corrosion resistant alloy by high frequency combustion infrared absorption method

YANG Xiao-qian, TAN Sheng-nan, QI Zhen-nan, GUO Sheng-jie
(HBIS Group Technology Research Institute, Shijiazhuang 050000, China)

Abstract: The experimental conditions for the determination of carbon and sulfur in nickel-based corrosion resistant alloy by high frequency combustion infrared absorption method were discussed by preparing calibration curve using certified reference material of nickel-based alloy with similar content. The effect of flux

type, dosage and sampling mass on the determination was mainly investigated. The results showed that the combustion of sample was complete and the infrared absorption peak was symmetrical and smooth under the following conditions: 0.30 g of pure copper-0.30 g pure iron and 0.40 g of pure iron-1.50 g of pure tungsten were used as flux for the determination of carbon and sulfur. Meanwhile, the relative standard deviations (RSD) of results were minimal. When (0.300 ± 0.005) g of sample was used for the determination of carbon and sulfur, the sample would not overflow after melting and the RSDs of measurement results were minimal. The results indicated that the correlation coefficient of the calibration curve of carbon content was $r=0.9998$. The limit of detection was 0.00012% and the limit of quantification was 0.00040%. The correlation coefficient of the calibration curve of sulfur content was $r=0.9999$. The limit of detection was 0.00011% and the limit of quantification was 0.00036%. The experimental method was applied for the determination of carbon and sulfur in three nickel-based corrosion resistant alloy samples. The found results were in range of 0.0053%-0.156% and 0.0011%-0.0032%, respectively. The RSD ($n=6$) of determination results was less than 1% and 3%, respectively. The nickel-based corrosion resistant alloy sample was determined according to the experimental method. The spiked recovery tests of carbon and sulfur in sample were conducted by adding different dosages of standard reagents (lithium carbonate and potassium sulfate, respectively). The recoveries for carbon and sulfur were 95%-104% and 96%-105%, respectively.

Key words: nickel-based corrosion resistant alloy; high frequency combustion infrared absorption method; carbon; sulfur