**高频红外碳硫仪在测定钢中碳硫的原理及注意事项**

**一、高频红外碳硫仪在测定钢中碳硫的原理**

碳和硫是确定钢铁产品规格和质量的两个重要元素。一般碳含量高于2.0%以上的叫做铁，低于2.0%的叫钢。通常把碳含量高于0.60%的钢叫高碳钢，碳含量在0.25%-0.60%之间的钢叫中碳钢，碳含量小于0.25%的钢叫低碳钢，碳含量小于0.03%的叫工业纯铁。

碳对钢铁的性能起着重要的作用：随着碳含量的增加，钢的硬度和强度提高，其韧性和塑性下降；反之，碳含量减少，则硬度和强度下降，而韧性和塑性增加。碳硫分析仪是企业理化分析室中的一种常用计量器具，用于对金属和非金属材料中的碳和硫元素含量进行定量分析，速度快，性能稳定，操作简便。广泛应用于冶金，铸造，机械，铁路等工矿企业，产品质检所，大专院校，科研院所，可以方便快捷的进行原料验收，炉前分析、成品检验等阶段的分析测试。

硫在钢铁中是一种有害物质，会恶化钢铁的质量，降低其力学性能及耐蚀性、可焊性。特别是钢中的硫，若以硫化铁的状态存在是，由于它的熔点低（1000℃左右），会引起钢的“热脆”现象，即热变形，高温时工作产生裂纹，影响产品的质量和使用寿命。所以，钢中的硫含量越低越好。一般要求，普通钢中的硫含量小于0.050%，工具钢中的硫含量小于0.045%，而优质钢中的硫含量要小于0.020%。

碳硫分析的原理（红外检测法）：试样中的碳、硫经过富氧条件下的高温加热燃烧，氧化为一氧化碳或二氧化碳、二氧化硫气体。气体经处理后进入各自的吸收池，对相应的红外辐射进行吸收，利用氧气流中二氧化碳和一氧化碳及二氧化硫的红外吸收光谱（特征吸收峰4260纳米=426000埃）。由探测器转发为信号，经计算机处理输出结果。

**二、高频红外碳硫仪在测定钢中碳硫的注意事项**

1. 仪器气路的密封性检查

2. 测试时间的选择

一般含碳量在0.05以上含硫量在0.007以上的钢样可选择清洗时间为30-35秒，而超低含量碳硫因气路中残留CO2、SO2对其结果影响较大，故清洗时间需要更长，一般选择40-50秒。清洗时间的选择可根据在试样燃烧完后运行试波器，观察碳硫信号波形图的稳定时间来确定。

3. 测试常用耗材的选择

a 载气（氧气）的选择：氧气是熔样过程中起提供燃烧和携带气体的，它在分析过程中起重要作用，却常常被忽略。特别对于低含量及超低含量碳硫的测试，氧气的纯度（＞99.99%）至关重要。

b 助熔剂的选择：在碳硫分析中，助熔剂是必不可少的。加入一定量的助熔剂，一方面可降低样品的熔点，使样品易于燃烧；另一方面有助于样品燃烧温度的提高，使样品达到更好的燃烧效果。目前常用的助熔剂有钨粒，锡粒、工业纯铁和三氧化钼。每一种助熔剂各有优势，在多数情况下，将它们混合使用能获得最佳的效果。进行微量碳硫测试一般采用纯钨粒。测试前将钨粒放入烘箱300℃保温1h。烘干后取出置于干燥器冷却，再放入磨口瓶内备用。

c 坩埚的选择：坩埚在制造烧结过程及包装运输过程中，表面会残留碳酸盐、硫酸盐、有机物和水分。因此在燃烧过程中会分解出二氧化碳、二氧化硫和水气。二氧化碳和二氧化硫进入吸收池会导致碳和硫偏高，水气会凝结在管道中，同时水分会使二氧化碳和二氧化硫或三氧化硫生成碳酸、亚硫酸和硫酸，吸附在气体管道内会导致结果偏低。此外，如果水分随着分析气体进入吸收池会因为它的红外吸收波长和二氧化硫接近而导致硫的结果偏高。国际标准ISO9556-1989和ISO4935-1989规定，坩埚在使用前应置于高温炉中，在空气或氧气流中于1100℃的温度下灼烧不少于2h，然后置于干燥器中冷却备用。在干燥器中存放时间不超过72h。测定低含量碳硫时，坩埚应在1350℃下于氧气流中灼烧。如果没有专用的坩埚灼烧炉，可在坩埚中称入与测量试样时等量的助熔剂，用高频炉燃烧一次，冷却后立即用于试样检测。这种坩埚称为打底坩埚，所得空白值比前一种更为稳定。

d 其他耗材的选择：干燥器要选择大品牌的，同时需要及时更换。脱脂棉、灰尘过滤器和管道也需要定期清理和更换。

4. 样品的种类及制备

a 有机溶剂清洗法：

对于屑状、块状样品，使用丙酮、乙醚、环己烷、四氯化碳或其他合适的溶剂清洗，并于70℃~100℃干燥。清洗的次数一般为2-3次。使用的清洗溶剂蒸干后的残渣质量分数应小0.0005%注意有机溶剂挥发性强，易燃，一般具有一定毒性，在清洗时应在通风橱内进行。

b 低温灼烧法：

将装有试料的瓷坩埚置于马弗炉或电阻炉中加热至420℃保持5min-10min。这个方法适合于非合金钢中碳质量分数为0.0003%-0.010%的样品处理。

c 砂轮机打磨后小型钻床取样法：

对于含有镀层、块状样品，可以先用砂轮机打磨表面，露出金属光泽后用小型钻床进行取样。

5. 空白值的测定

对每一仪器范围称取选定质量的助熔剂（精确至5mg），置于坩埚中，加入称取的钢铁有证参考物质以测量碳、硫的空白值。将钢铁 有证参考物质的质量输入仪器质量补偿器，开始分析。重复测定三次以上，取平均值。再减去钢铁有证参考物质的碳、硫含量，即是空白值。如果空白值大于0.002%，标准偏差大于0.0005%，应找出其原因并作相应处置，然后重新测定。根据仪器说明书输入平均空白值。如果仪器不能自动校准空白值，在计算前，应从总结果中减去空白值。

要点：①为真实反映空白值的水平，在测定前应将原有的空白值置零；②用于空白值测定的钢铁有证参考物质（CRM）中碳、硫含量应很低。

6. 校准值的测定

国际标准ISO 9556采用蔗糖、碳酸钠、碳酸钡作为碳的标准物质进行校准。国际标准ISO4935采用硫酸钾作为硫的标准物质进行校准。虽然用纯化合物对仪器线性校准是最好的，但是实际上钢铁等金属材料分析过程中出现校准系数偏高的现象，因此这种方法并非是合适的方法。作为准确的分析方法在碳硫分析中，含有碳硫的标准钢铁样品的合理利用对分析结果的准确性起到至关重要的作用。实验证明：待测样品的碳硫含量的测定需要用类似含量的钢铁标准物质进行校准。同时要注意标准物质和样品的分析条件应该一致。

红外吸收测量碳、硫两元素属于二次标准测量，测量值并非绝对值，而是相对值。因此每天开机分析试样前，必须用标准样品校正仪器。一般采用同类、含量相接近的标样连续分析几次，并且采用高含量样品校正，分析低含量试样，分析结果较理想。而采用低含量标样校正仪器，分析高含量试样时，结果有可能出现批量偏高或偏低。
7. 样品的测定

a 首选确保环境温度恒定25℃，湿度小于70%电源电压变化小于5%，独立地线，地线电阻要求小于5Ω。

b 样品的材质一致，称样量接近。

C 样品最好是屑状，颗粒不能太大，称样量也要适当，测试完成后看燃烧的情况，燃烧不完全要降低称样量或加大助熔剂的量。

总结：

在日常分析工作中，除上述因素外，另外还有因电压变化、操作人员、分析仪器的灰尘吸附、样品制取、氧流量、气路泄漏堵塞、校正方法、标样等的影响。总之，影响分析结果精确度和稳定性因素很多，在分析过程中，应注意设法避免或降低所述各方面因素的影响，尤其是分析低含量样品时，需综合考虑这些因素的影响，从而对分析结果作出准确评价。