钒氮合金中氮元素用氧氮氢分析仪

刘 静* 王春梅 熊 伟 李 欣

陕钢集团汉钢公司, 陕西 724200

摘 要: 通过在现有设备氧氮氢分析仪探索分析钒氮合金中氮的方法, 为原料进购提供定性、定量、快速地分析, 以便缩短钒氮合金中氮元素分析的时间, 大大降低人员的工作量及危险化学品的使用。并为公司钒氮合金的结算快速准确地提供数据。

关键词: 氧氮氢分析仪钒氮合金分析的时间

一、背景

目前分析钒氮合金中氮元素使用的是化学分析法, 此方法分析先要溶解样品, 冷却后进行蒸馏, 然后滴定。用时长、分析流程烦琐, 现有技术分析一个样品氮元素需8~10小时。且在分析过程中使用到酸、碱等危险化学品, 易造成人身伤害和环境污染。我们采用氧氮氢分析仪, 探索用氧氮氢分析仪分析钒氮合金中的氮元素, 以此来提高分析速度, 减少化学药品的伤害。

二、氧氮氢分析仪的检测范围、原理以及特点

(一) 检测范围

冶金、机械、科研、化工及商检、质检等行业黑色、有色、陶瓷、稀土及磁性材料中的氧、氮、氢元素含量的准确测定。

(二) 原理

分析样品在惰性气流(氮气、氦气)存在于石墨坩埚中加热熔融, 反应所生成的CO、H₂和N₂被带入到具有高稳定性和灵敏度的检测系统进行检测, 并通过一个非接触式的光学温度传感器进行实时监控。

(三) 特点

快速准确, 自动化操作; 精密气体校准; CO红外检测器, 高分辨率和重现性的N、H热导池检测器; 同一台仪器实现熔融提取和热提取。

(四) 分析方法

氧: 红外吸收法; 氮、氢: 热导法。

三、项目实施后的预期效果

将分析时间由原来的8~10小时缩短至0.5小时, 提高了工作效率, 保证结算周期。

不需用大量化学药品和人员, 减少人力物力的损耗, 既减少人员的工作强度, 又避免化学药品的危害。

四、实验过程

(一) 前期试验

1. 氧氮氢分析操作

燃烧炉与样品入口接触到位后, 样品从上面入口处下到燃烧炉的坩埚里。一般样品都是固体的。所以我们的钒氮合金粉末必须使用合适的包装纸包装成一个小块才能实验。

包装纸的选取锡箔纸和镍铂纸, 开始采用锡箔纸包装, 锡箔纸比较柔软, 通过试验, 锡箔纸包装后分析数据很不稳定, 重现性不好, 镍铂纸包装后分析数据比较稳定的稳定, 重现性较好。采用镍铂纸。

2. 称样量的确定

仪器分析钢中气体时要求样品重量在0.5~1.0 g之间, 含量ppm。根据钒氮合金中氮(13~18%)含量我们确定称样

*通讯作者: 刘静, 1974年10月, 女, 汉族, 陕西人, 现任陕钢集团汉钢公司工程师, 高中专。研究方向: 金属材料。

量大约0.05 g左右, 分析后曲线不完整, 分析数据不能显示。然后不断地减少, 最后确定在0.020~0.030 g左右分析显示完整的曲线, 试验数据也能显示, 而且也大体趋于稳定。

3. 数据的分析

通过大量的分析, 分析数据的准确性还是不太好, 一直比原标样结果差一个百分点。再通过咨询厂家和查阅资料, 需用专用的镍囊包装, 采购了一瓶镍囊。

(二) 实验过程

1. 镍囊和镍铂纸的比对试验

采用已知含量为(14.57%)标准样品用镍囊进行试验。试验时必须将手洗干净, 用镍囊包装时必须将试样轻轻导入囊中, 将囊中空气慢慢地排干净, 用尖嘴钳(钳头擦干净)慢慢将囊一圈一圈卷起, 卷成一个小块。

表1 镍囊试验数据

次数	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	平均
N含量%	14.8	14.72	14.79	14.52	14.42	14.73	14.46	14.39	14.61	14.5	14.63	14.72	14.61

注: 实验时必须将所有器具清洗干净并擦干, 手也要洗干净

试验结果精确度比较好, 最大和最小只差0.38%, 未超出误差允许(±0.35%)。平均值和标准值只差0.04%, 准确度也好。同时我们用镍铂纸实验。

表2 镍铂纸实验数据

次数	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	平均
N含量%	13.42	13.64	12.85	13.08	13.48	13.38	13.58	13.53	12.95	13.89	13.61	13.44	13.4

实验结果的精确度不是太好, 最大和最小相差1.04%, 超出误差允许(±0.35%), 平均值和标准值相差1.17%, 准确度也很差。

2. 不同方法比对

用化验室和钢冶纳克化学方法比对过的样品实验, 化验室采用化学方法的实验的数据17.64%, 钢冶纳克采用的也是化学方法实验数据为17.60%

表3 用镍囊实验数据

次数	1	2	3	4	5	6	平均
N含量%	17.64	17.45	17.36	17.62	17.81	17.75	17.605

最大17.81与最小17.36相差0.45%, 平均值17.61和设定标准值差(17.60)0.01%。同时也用镍铂纸包装实验。

表4 镍铂纸包装实验数据

次数	1	2	3	4	5	6	7	平均
N含量%	15.66	16.71	16.57	17.01	16.78	16.33	15.70	16.39

最大17.01与最小15.66相差1.35%, 平均值16.39和设定标准值差(17.60)1.21%。重复性比较好但准确性太差。

3. 外部比对

6月和钢冶纳克比对了两个试样, 编号: 09356、12293。

表5 钢冶纳克比对数据

编号	纳克N (%)	汉钢							
		次数	1	2	3	4	5	6	平均
09356	14.99	N%	15.09	14.88	15.15	14.86	15.06	14.82	14.98
		次数	1	2	3	4	5	6	平均
12293	15.65	N%	15.78	15.32	15.28	15.47	15.52	15.39	15.46
		次数	1	2	3	4	5	6	平均

09356精确度和准确度都很好, 误差0.02%; 12293准确度比较好, 误差0.1%, 都在允许误差之内(±0.35%)。

五、试验结论

氧氮氢分析仪可以分析粉末状钒氮合金中的氮; 实验采用镍囊, 试验结果重复性很好, 准确性很好; 称样量控制

在0.20~0.30 g之间，结果稳定。

参考文献：

- [1]GB/T ;11261-2006钢铁氧含量的测定脉冲加热情气熔融—红外线吸收法[S].
- [2]GB/T; 20124-2006钢铁氮含量的测定惰性气体熔融热导法[S].
- [3]GB/T ;223.82-2007钢铁氢含量的测定惰气脉冲熔融热导法[S].
- [4]钟华;惰气熔融—热导法测定氮化铬铁中氮[J].冶金分析, 2010,30(3):64-67.