

# 用氧化锌基准试剂作校正标准样品测定钨合金中的氧

姚素红

(国营一二一厂,牡丹江 157000)

**摘要** RO-416型氧测定仪用氧化锌基准试剂校正后,用于测定钨合金中的氧。利用RO-416型氧测定仪在输入1.000 g质量时测量范围是0.0%~4.5%的特点,分析质量为0.003~0.006 g的氧化锌基准试剂,手动输入1.000 g质量,测得氧含量为0.06%~0.12%,与钨合金粉末中的氧含量接近。用氧化锌基准试剂校正仪器是可行的。

**关键词** 氧化锌 基准试剂 校正 钨合金 氧

钨合金因具有高密度、高硬度、高强度等特点而在机械、仪表等行业中得到广泛应用。钨合金中氧的含量对其性能有很大影响,因此,在钨合金生产过程中,应准确、及时地测定其中的氧含量,以有效地控制钨合金的质量。用红外吸收法测定钨合金粉末中的氧含量<sup>[1]</sup>时,由于国内目前没有钨合金标准样品,钢标准样品虽可用于钨合金中氧的测定,但钢标准样品中氧的最高含量为0.019%,用于测定氧含量大于0.02%的试样时测量误差较大,这给测定带来一定困难。笔者用氧化锌基准试剂作校正标准样品测定钨合金中的氧含量,试验结果证明是可行的。

## 1 实验部分

### 1.1 主要仪器与试剂

氧测定仪:RO-416型,美国Leco公司;

石墨坩埚:美国Leco公司;

氩气:纯度大于99.99%;

锡囊:取质量约0.05 g的锡箔,在四氯化碳中浸泡30 min,置于红外灯下烘干,制成锡囊,储于干燥器中,备用;

氧化锌:基准试剂。

### 1.2 实验方法

**标准样品的测定** 称取适量氧化锌基准试剂于800℃的马弗炉中灼烧至恒重,然后准确称取0.003~0.006 g(精确至0.00001 g)于锡囊中,包严,放入石墨坩埚中,手动输入1.000 g质量,按自动分析程序分析,测量单元直接显示实际测得的氧含量。

**试样的测定** 精密称取0.04~0.05 g(精确至0.001 g)钨合金粉末试样于锡囊中,包严,置于石墨坩埚中,按自动分析程序分析,测量单元直接显示测得的试样中的氧含量。

## 2 结果与讨论

### 2.1 测试条件设定

氧化锌中的氧与钨合金中的氧存在形式不同,

因此,设定的测试条件应同时适合二者。通过考察分析过程中氧的释放时间、出峰时间以及比较不同条件下氧的释放曲线,发现在脉冲电流为850 A、分析时间为30 s、比较水平为5时,氧化锌与钨合金中的氧均能基本释放完全,且释放效果较好。

### 2.2 空白值扣除

空白值主要来自于锡箔、石墨坩埚、载气等。它们的空白值不小于0.0014%,而钨合金中的氧含量一般小于0.1%,因此空白值影响测定的准确度,在分析试样或标准样品前,应扣除空白值。扣除的方法是:将锡囊放入石墨坩埚中,输入1.000 g质量,在与试样相同的测试条件下进行多次平行测定,剔除可疑值,计算出空白值的平均值,将其手动输入到分析常数菜单中。进行试样或标准样品分析时,仪器自动减去空白值。

### 2.3 校正试验

测试试样之前应用标准样品校正仪器,校正方法是:分别称取0.003、0.004、0.006 g(精确至0.00001 g)氧化锌基准试剂于锡囊中,按1.2实验方法中标准样品的测定方法分析,按自动校正程序校正,标准样品氧含量的测定值按公式(1)计算。测定值应接近标准值。

$$w(O) = (M_O/M_{ZnO}) \times (m_{ZnO}/1.000) \times 100\% \quad (1)$$

式中:w(O)——标准样品的氧含量;

$M_O$ ——氧的相对原子质量;

$M_{ZnO}$ ——氧化锌的相对分子质量, g;

1.000——输入质量, g;

$m_{ZnO}$ ——氧化锌的称样量。

### 2.4 可行性试验

校正标准样品应具备3个条件:(1)含量准确;

(2)重现性好;(3)校正仪器后,测定试样结果准确。氧化锌基准试剂本身具备条件(1),针对条件(2)、(3)通过做试验进行验证。

#### 2.4.1 重现性试验

分别精密称取0.003、0.004、0.006 g(精确至0.00001 g)氧化锌基准试剂于锡囊中,按2.3校正试验方法校正仪器。准确称取氧化锌基准试剂0.00380、0.00506 g各5份于锡囊中,按1.2实验方法测定氧含量,结果列于表1。由表1可知,测定结果的重现性较好。

表1 重现性试验结果

氧化锌 称样量/g	标准值/ %	测定值/%	平均值/ %
0.00380	0.075	0.0770 0.0750 0.0760 0.0740 0.0770	0.0758
0.00506	0.100	0.100 0.099 0.110 0.100 0.099	0.102

#### 2.4.2 准确性试验

分别精密称取氧化锌基准试剂0.003、0.004、0.006 g(精确至0.00001 g)于锡囊中,按2.3校正

试验方法校正仪器。按1.2实验方法和气相色谱法<sup>[2]</sup>分析钨合金粉末试样中的氧含量,测定结果列于表2,由表2可知,本法的测定结果与气相色谱法的测定结果基本一致。

表2 准确度试验结果

样品编号	批号	氧含量测定值/%	
		本方法	气相色谱法
W243	8-6	0.0941 0.0949	0.090 0.100
W243	9-3	0.0841 0.0844	0.085 0.083
W243	9-18	0.0569 0.0571	0.059 0.055
W231	10-1	0.123 0.131	0.13 0.13
GW-185	1-2	0.0430 0.0439	0.044 0.043

### 3 结语

RO-416型氧测定仪用氧化锌基准试剂作校正标准样品校正后,测定钨合金中的氧含量是可行的,保证了测定结果的准确性。

### 参考文献

- Q/QA.J 11.50-94 红外吸收法测硬质合金、钨合金粉末中的氧。
- Q/QA.J 11.49-9 脉冲加热气相色谱法测硬质合金、钨合金粉末中的氧。

## DETERMINATION OF OXYGEN IN THE TUNGSTEN ALLOY BY USING ZINC OXIDE PRM AS CALIBRATION SAMPLE

Yao Suhong

(Factory 121, Mudanjiang 157000, China)

**ABSTRACT** Zinc oxide primary reference material (PRM) of 0.003~0.006 g was analyzed to use the scope of RO-416 oxygen determinator being 0.0%~4.5% when inputting 1.000 g PRM as the mass value. The oxygen determined in zinc oxide PRM was 0.06%~0.12% when inputting 1.000 g PRM manually as the mass value, approaching the oxygen in the tungsten alloy powder. The test result proved that the method is feasible by using zinc oxide PRM to calibrate the instrument.

**KEYWORDS** zinc oxide, primary reference material, calibration, tungsten alloy, oxygen

### 欢迎查询有关广告

对于在我刊刊登的所有广告,如读者需要查询更详细的资料或了解情况,请填好《读者查询广告资料服务卡》后寄回或来函。本杂志社将为您提供或转请有关单位提供资料,以满足您的要求。如需购买任何广告单位的材料、设备、仪器及配件等产品,我社将帮助您联系,以保证产品质量,争取优惠价格。欢迎各单位在我刊刊登广告。刊登办法函索即寄。

#### 《化学分析计量》读者查询广告资料服务卡

No \_\_\_\_\_

读者姓名\_\_\_\_\_ 单位\_\_\_\_\_

通讯地址\_\_\_\_\_ 电话\_\_\_\_\_ 邮政编码\_\_\_\_\_

欲获得《化学分析计量》\_\_\_\_\_年第\_\_\_\_\_期第\_\_\_\_\_页\_\_\_\_\_

广告中有关\_\_\_\_\_ 的详细资料。

如空位不够,请另附纸。填好后请寄回。

山东省济南市108信箱杂志社

邮政编码:250031