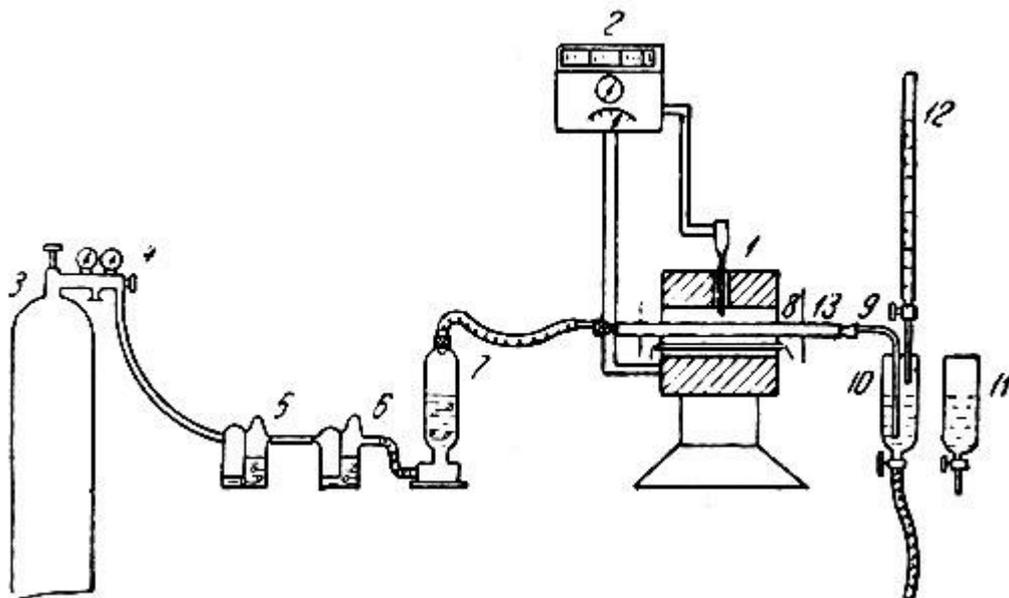


АНАЛИЗ УГЛЕРОДА И СЕРЫ МЕТОДОМ СЖИГАНИЯ В ТОКЕ КИСЛОРОДА

Первой публикацией об анализе серы и углерода в советской литературе является статья в Журнале Аналитической Химии за 1949 год, в которой описывается способ определения содержания серы и углерода в металле, заключающийся в сжигании навески предварительно измельченного металла в токе кислорода при 1350°C с последующим разделением образовавшейся газовой смеси на отдельные компоненты пропусканием ее через селективные поглотители (перекись водорода - для окисления сернистого газа в серную кислоту и гидроокись бария - для поглощения двуокиси углерода).



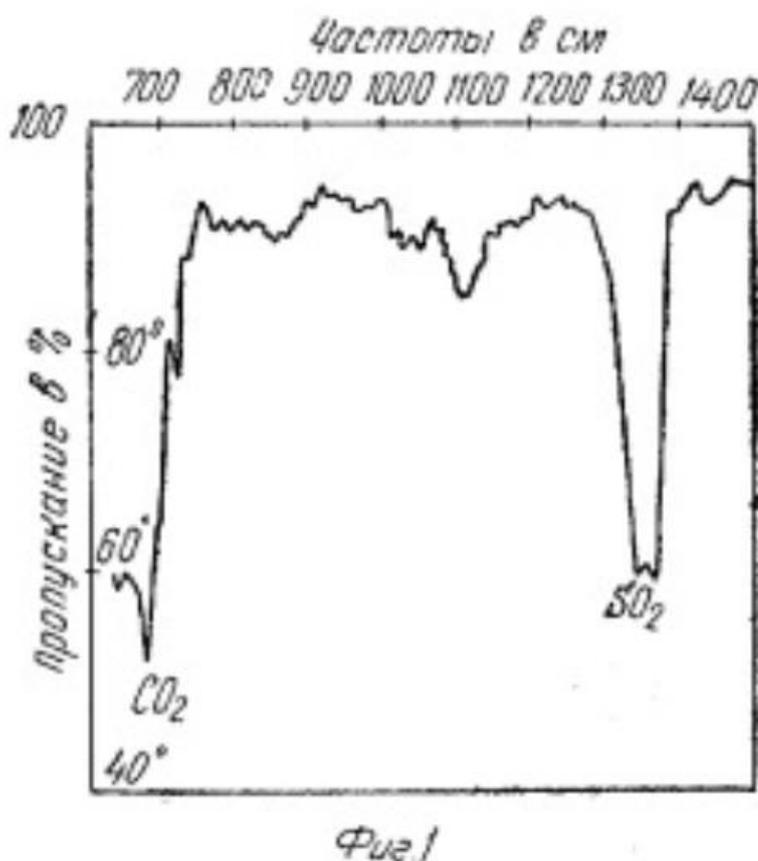
Затем измеряют электропроводности растворов, определяют абсолютные количества поглощенных двуокисей серы и углерода и вычисляют количество серы и углерода, содержащиеся в металле. В качестве нагревателя тогда использовали электрическую печь сопротивления.

По подобной схеме в 1970-х годах были разработаны анализаторы углерода АН-7529, АН-7560, анализаторы серы АС-7932



Недостатком подобного подхода является необходимость работы с химическими растворами, промывание сосудов, замена целлофановых и керамических перегородок, а также дополнительных затрат времени на восстановление работоспособности приборов после смены растворов, значительно упрощает и облегчает эксплуатацию приборов. Кроме того, диапазон измеряемых концентраций начинается от десятых долей %.

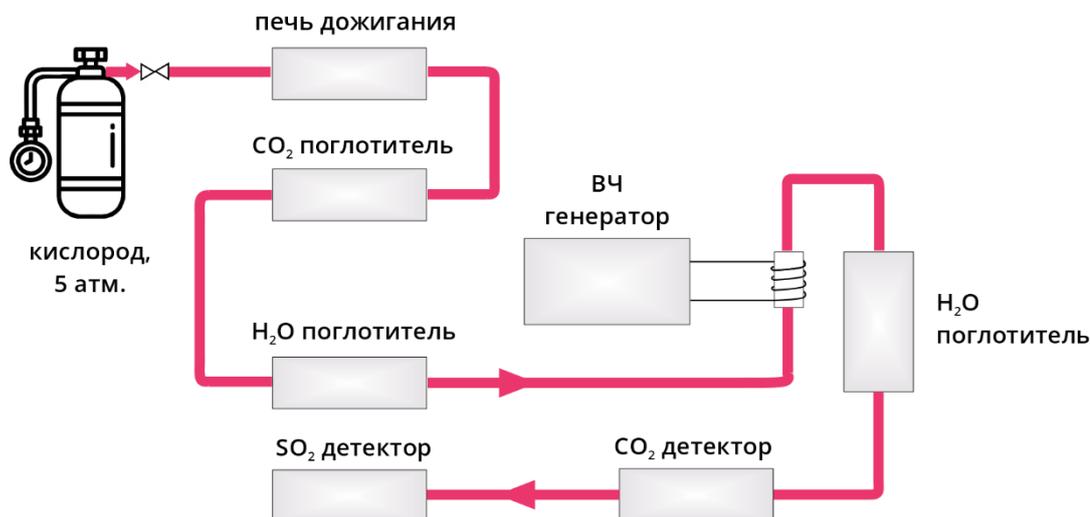
В 60-х годах советскими учеными уже предлагается определять углерод и серу по спектрам поглощения образовавшихся окислов в ИК-области спектра. При сжигании навески описываемым способом углерод и сера образуют двуокись углерода и серы, которые в ИК-области спектра имеют полосы поглощения, в области 670 см⁻¹ и 1350 см⁻¹ соответственно.



Спектр из Описания изобретения к Авторскому свидетельству 202567 от 7 июля 1966 года.

В дальнейшем в мировой практике было принято проводить сжигание образца при анализе серы и углерода в металлах, сплавах и других неорганических материалах при помощи индукционного нагрева. В отличие от печи сопротивления, индукционный нагрев позволяет достичь гораздо более высоких температур (более 1700 С), что дает возможность проводить достоверный анализ легированных сталей, тугоплавких металлов (титан) и других материалов. При этом существенно снижается потребление энергии и не требуется водяное охлаждение.

Схема современного анализатора представлена ниже:



Навеска образца весом 0.1-1 г, взвешивается на весах, и помещается в керамический тигель,



потом добавляется плавень (вольфрам, смесь вольфрама с оловом, железо, медь), зависящий от исследуемого материала.

Тигель помещается в анализатор и загружается в индуктор, где происходит его сжигание за счет электромагнитного излучения высокой частоты.

В область сжигания пробы поступает поток кислорода примерно 1 литр в минуту. Предварительно кислород проходит через печь дожигаения, где происходит сжигание органических примесей. После этого поток газа проходит через фильтр-поглотитель, в котором происходит очистка кислорода от углекислого газа (при помощи аскарита) и водяных паров (при помощи ангидрона). В процессе сжигания навески, выделяющиеся углерод и сера окисляются кислородом до CO₂ и SO₂. Получившаяся газовая смесь потоке газа носителя попадает во вторичный фильтр, содержащий ангидрон, для очистки от водяных паров, после чего поступает в последовательно в детекторы газов CO₂ и SO₂. В настоящее время в анализаторах серы и углерода в металлах применяют недисперсионные инфракрасные детекторы. По измеренным значениям абсолютного количества двуокиси серы и углерода, массе навески, по калибровке, основанной на сертифицированных образцах, производится расчет величины содержания углерода и серы в исследуемом образце.