

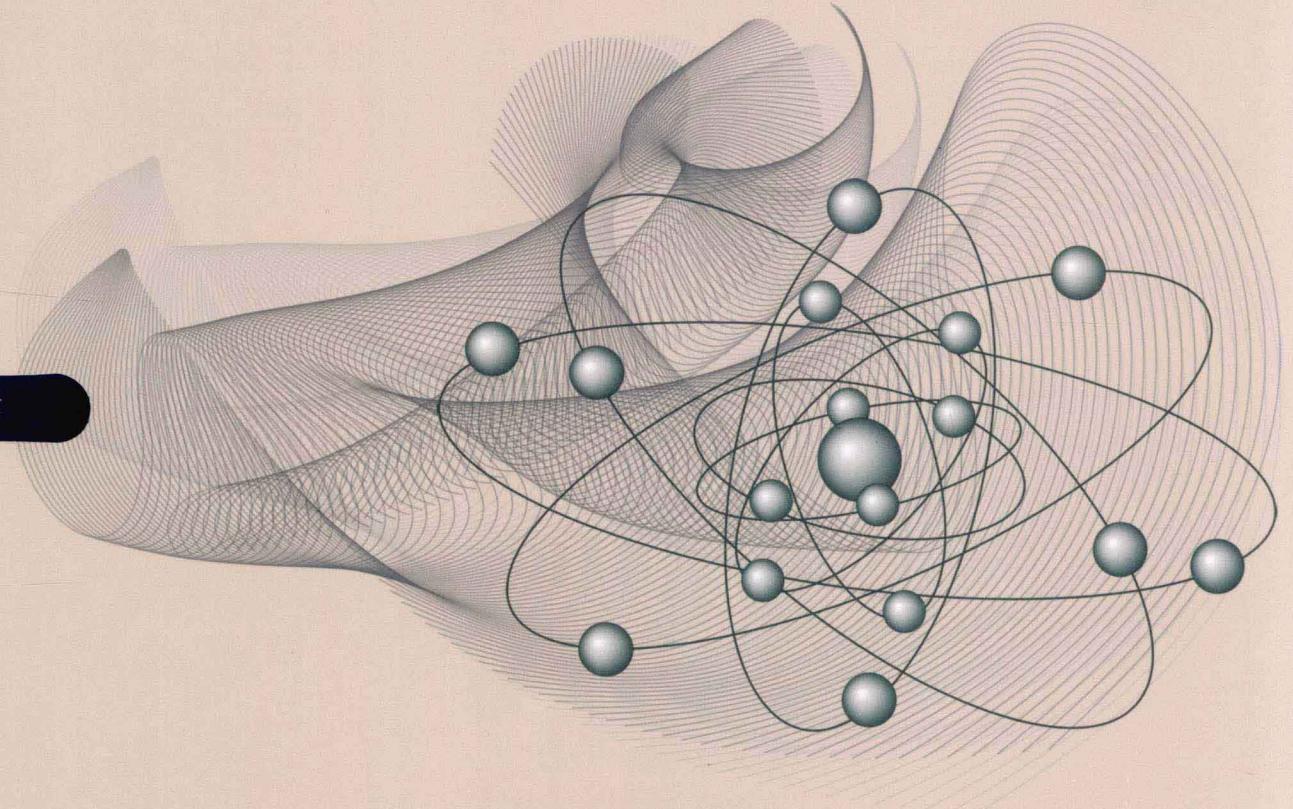
国家科技基础条件平台建设项目  
“全国分析检测人员能力培训与考核体系”成果

全国分析检测人员能力培训委员会(NTC)系列培训教材

# ATC 013

## 固体无机材料中碳硫 分析技术

张之果 主编



中国质检出版社  
中国标准出版社



全国分析检测人员能力培训委员会(NTC)系列培训教材

ATC 013

# 固体无机材料中碳硫分析技术

张之果 主编

中国质检出版社  
中国标准出版社

## 图书在版编目(CIP)数据

ATC 013 固体无机材料中碳硫分析技术/全国分析检测人员能力培训委员会编著. —北京:  
中国标准出版社, 2013. 12

ISBN 978-7-5066-7396-9

I. ①A… II. ①全… III. ①固体—无机材料—碳—仪器分析—研究 ②固体—无机材  
料—硫—仪器分析—研究 IV. ①TB321

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2013)第 265605 号

## 内 容 提 要

本书系《全国分析检测人员能力培训委员会(NTC)系列培训教材》之一。

本书依据全国分析检测人员能力培训委员会《ATC 013 固体无机材料中碳硫分析技术考核及培训大纲》编写, 内容包括四部分: 碳硫分析技术的基础理论知识、仪器设备与操作、标准方法与应用技术、分析结果的数据处理。

本书以厂矿企业、科研院所、高等院校、检验检疫、环境监测等领域实验室的检测人员为基本对象, 希望通过以本书作教材的培训或学习, 提升他们在碳硫分析方面的理论知识和实际技术能力。本书可作为有关部门培训分析检测人员的教材, 也可供有关部门分析检验人员在工作中参考和使用; 也可作为相关院校教学参考书。

中国质检出版社 出版发行  
中国标准出版社

北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100013)

北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

网址: [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

总编室: (010)64275323 发行中心: (010)51780235

读者服务部: (010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

\*

开本 787×1092 1/16 印张 10.75 字数 267 千字

2013 年 12 月第一版 2013 年 12 月第一次印刷

\*

定价 38.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话: (010)68510107

## 全国分析检测人员能力培训委员会(NTC)

主任 吴波尔

副主任 刘卓慧 吴学梯 张 泽

委员 (按姓氏笔画排序)

马晋并 方 向 王海舟 乔 东 庄乾坤

许增德 宋桂兰 张渝英 李文龙 葛红梅

## 全国分析检测人员能力培训委员会(NTC)

### 系列培训教材编审委员会

总 编 审 张渝英

副 总 编 审 王海舟 乔 东

常 务 编 审 符 斌 佟艳春

编 审 (按姓氏笔画排序)

马燕文	马振珠	于世林	邓 勃	邓星临	邓志威
王春华	王福生	王 滨	王 蓬	王光辉	王明海
尹 明	田 玲	白伟东	刘虎威	刘国诠	刘丽东
刘咸德	刘 正	刘 英	刘卫平	刘 挺	傅若农
江超华	再帕尔	吕 杨	吴牟天	吴惠勤	吴淑琪
吴国平	冯先进	孙素琴	孙泽明	齐美玲	朱衍勇
朱跃进	朱林茂	朱生慧	朱锦艳	朱 斌	汪正范
汪聪慧	李 冰	李小佳	李丛笑	李红梅	李华昌
李重九	李继康	李寅彦	李国会	李万春	李美玲
沈学静	沈建忠	牟世芬	杨啸涛	杨春晟	邹汉法
罗立强	罗倩华	张 中	张 庄	张之果	张学敏
张锦茂	张伟光	张克顺	张东生	张夕虎	张慧贤
林崇熙	谢孟峡	者冬梅	周志恒	周巍松	周艳明
郑国经	卓尚军	屈文俊	贾云海	柯以侃	柯瑞华
柯晓涛	陈江韩	陈吉文	胡国栋	胡净宇	胡洛翡翠
胡晓燕	赵 雷	徐经纬	徐友宣	徐本平	高宏斌
高介平	高怡斐	唐凌天	谭晓东	郭永权	侯红霞
崔秋红	蒋士强	蒋仁贵	蒋子江	梁新帮	陶 琪
黄业茹	詹秀春	蔡文河	臧慕文	魏若奇	

# 《全国分析检测人员能力培训委员会(NTC)系列培训教材》

## 序

分析测试技术作为科技创新的技术基础、国民经济发展和国际贸易的技术支撑,环境保护和人类健康的技术保障,正受到越来越多的关注,而分析测试体系的建设在科技进步和经济发展中正发挥着举足轻重的作用。国家科技部从1999年以来先后组织建设并形成了分析测试方法体系、全国检测资源共享平台,大型仪器共享平台,标准物质体系以及应急分析测试体系等分析测试相关的基础条件平台。2005年在科技基础条件平台建设中,又启动了《机制与人才队伍建设——全国分析测试人员分析测试技术能力考核确认与培训系统的建立与实施》的项目,从而形成了由“人员、方法、仪器、标准物质、资源”等组成的完整的分析测试平台体系。

为加强分析检测人员队伍的建设,确保分析检测人员技术能力的培训与考核工作的科学性、规范性、系统性和持续性,完成国家科技基础条件平台建设的相关任务,中华人民共和国科学技术部、国家认证认可监督管理委员会等部门共同推动成立了“全国分析检测人员能力培训委员会”(简称“NTC”),负责对分析检测人员技术能力的培训与考核工作。

NTC的宗旨是为提高我国分析检测人员整体的检测能力和水平,促进分析检测结果的准确性和可靠性,为国家科技进步、公共安全、经济社会又好又快发展服务。

NTC依据国家相关法律法规,按照分析检测的相关国际和国家标准、规范等开展培训工作,遵循客观公正、科学规范的工作原则开展考核工作。

NTC的分析检测技术的分类系以通用分析测试技术为基点,兼顾专用技术,根据相关学科分类标准及分析检测技术设备原理划分,



形成每项技术分别覆盖材料、环境资源、食品以及能源等领域化学成分和性能表征的分析测试技术能力分类系统,首批共纳入了 58 项技术。

每项分析检测技术由四个技术部分组成,即分析检测技术基础、仪器与操作技术、标准方法与应用以及数据处理。

通过相关技术四个部分考核的技术人员将由全国分析检测人员能力培训委员会颁发分析检测人员技术能力证书。证书是对分析检测人员具备相关分析检测技术(方法)或相关部分的技术能力的承认,可以胜任相关分析检测岗位的检测工作;该证书可作为计量认证、实验室认可、相关认证认可以及大型仪器共用共享的能力证明。

为规范各项技术考核基本要求,委员会正式发布了各项技术的考核培训大纲。为便于培训教师、分析检测人员进一步理解大纲的要求,在 NTC 的统一领导下,由 NTC 秘书处负责组织成立了 NTC 培训教材编写审定委员会,系统规划教材的系统设置方案、设计了教材的总体架构、与考核相结合规定了每项技术各部分内容的设置,并分别组织了各项技术分编委会,具体负责各项技术的培训教材的编写。NTC 拥有《NTC 系列培训教材》的著作权,并指定该套教材为由 NTC 组织的分析检测人员技术能力培训的唯一指定教材,并将其专有出版权授予中国质检出版社(国家标准出版社),由其出版发行,以服务于全国分析检测人员的技术培训与考核工作。

全国分析检测人员能力培训委员会

# NTC 通用理化性能分析检测能力技术分类

## 1 ATC——化学分析测试技术

- ATC 001 电感耦合等离子体原子发射光谱分析技术
- ATC 002 火花源原子发射光谱分析技术
- ATC 003 X 射线荧光光谱分析技术
- ATC 004 辉光放电发射光谱分析技术
- ATC 005 原子荧光光谱分析技术
- ATC 006 原子吸收光谱分析技术
- ATC 007 紫外-可见吸收光谱分析技术
- ATC 008 分子荧光光谱分析技术
- ATC 009 红外光谱分析技术
- ATC 010 气相色谱分析技术
- ATC 011 液相色谱分析技术
- ATC 012 毛细管电泳分析技术
- ATC 013 固体无机材料中碳硫分析技术
- ATC 014 固体无机材料中气体成分(O、N、H)分析技术
- ATC 015 核磁共振分析技术
- ATC 016 质谱分析技术
- ATC 017 电感耦合等离子体质谱分析技术
- ATC 018 电化学分析技术
- ATC 019 物相分离分析技术
- ATC 020 重量分析法
- ATC 021 滴定分析法
- ATC 022 有机物中元素(C、S、O、N、H)分析技术
- ATC 023 酶标分析技术

## 2 ATP——物理检测技术

- ATP 001 金相低倍检验技术
- ATP 002 金相高倍检验技术
- ATP 003 扫描电镜和电子探针分析技术
- ATP 004 透射电镜分析技术
- ATP 005 多晶 X 射线衍射技术
- ATP 006 俄歇电子能谱分析技术
- ATP 007 X 射线光电子能谱分析技术

- ATP 008 扫描探针显微分析技术
- ATP 009 密度测量技术
- ATP 010 热分析技术
- ATP 011 导热系数测量技术
- ATP 012 热辐射特性参数测量技术
- ATP 013 热膨胀系数测量技术
- ATP 014 热电效应特征参数测量技术
- ATP 015 电阻性能参数测量技术
- ATP 016 磁性参数测量技术
- ATP 017 弹性系数测量技术
- ATP 018 声学性能特征参数测量技术
- ATP 019 内耗阻尼性能参数测量技术
- ATP 020 粒度分析技术
- ATP 021 比表面分析技术
- ATP 022 热模拟试验技术

### 3 ATM——力学性能测试技术

- ATM 001 拉伸试验技术
- ATM 002 弯曲试验技术
- ATM 003 扭转试验技术
- ATM 004 延性试验技术
- ATM 005 硬度试验技术
- ATM 006 断裂韧度试验技术
- ATM 007 冲击试验技术
- ATM 008 疲劳试验技术
- ATM 009 磨损试验技术
- ATM 010 剪切试验技术
- ATM 011 压缩试验技术
- ATM 012 撕裂试验技术
- ATM 013 高温持久、蠕变、松弛试验技术

# 《ATC 013 固体无机材料中碳硫分析技术》

## 编委会

主编 张之果

编委 (按姓氏笔画为序)

马红权 王学华 王 蓬 朱跃进 杨国荣  
李宏伟 吴文琪 沈学静 张长均 张伟光  
张克顺 林小平 周延民 钟 华 侯红霞  
黄小峰 符 斌

# 前　　言

碳、硫是固体无机材料中常见的元素,也是决定固体无机材料特别是钢铁产品的品种规格和质量的重要元素,而碳、硫的测定是控制钢铁产品化学成分,提高钢铁产品质量的有效手段。目前固体无机材料中的碳硫测定主要采用燃烧转化与相关检测技术联合方法,故本书讲述的内容以燃烧转化相关的方法为主,其他方法为辅。

本书依据全国分析检测人员能力培训委员会《ATC 013 固体无机材料中碳硫分析技术考核及培训大纲》编写,内容包括四部分:

(1) 碳硫分析技术的基础理论知识。着重介绍了燃烧法测定碳硫的基本原理、影响因素、常用方法等。

(2) 仪器设备与操作。全面介绍了燃烧法使用的仪器设备,包括各种高温炉的结构、加热原理,恒温、恒压系统,各种检测系统的结构及原理等,对各种操作进行了具体描述。

(3) 标准方法与应用技术。以举例的方式介绍了在钢铁分析,有色金属分析,岩石、矿物分析,化工及能源分析,航空及机械工业分析,以及环境分析等领域的碳硫分析方法标准与应用,包括各个方法的原理、适用范围、分析步骤、结果计算、注意事项等。

(4) 分析结果的数据处理。介绍了高频红外碳硫分析法测定结果的数据处理及计算方法,误差及测定结果的不确定度评定。

本书以厂矿企业、科研院所、高等院校、检验检疫、环境监测等领域实验室的检测人员为基本对象,希望通过以本书作教材的培训或学习,提升他们在碳硫分析方面的理论知识和实际技术能力。本书可作为有关部门培训分析检测人员的教材,也可供有关部门分析检验人员在工作中参考和使用,也可作为相关院校教学参考书。

在“全国分析检测人员能力培训委员会(NTC)培训教材编审委



员会”的指导下,由各领域的专家参加编写工作,并征求有关专家的意见,反复修改,几易其稿,最终形成本教材。

参加本书编写的有北京矿冶研究总院符斌研究员,北京钢铁研究总院张长均、杨国荣、马红权高级工程师,沈阳金属研究所朱跃进研究员,攀钢集团研究院钟华高级工程师,北京科技大学张伟光教授等。本教材由符斌研究员依据大纲要求,负责修改和总校,并经包头稀土研究院吴文琪教授及钢铁研究总院王蓬教授认真、细致地审定,在本书编写过程中曾得到各方面技术专家的指导和帮助,在此一并致以谢忱。

由于固体无机材料中碳硫测定技术所涉及的应用领域极其广泛,以及编者知识面和水平所限,书中难免有疏漏和错误之处,恳请分析界专家及读者批评指正。

编 者

2013年11月

# 目 录

1 基础理论知识 .....	1
1.1 碳硫对材料的影响 .....	1
1.1.1 碳 .....	1
1.1.2 硫 .....	2
1.2 碳硫分析技术概述 .....	3
1.2.1 碳硫含量测定方法概述 .....	3
1.2.2 碳硫分析有关术语 .....	4
1.2.3 红外吸收分析法 .....	8
1.2.4 电导分析法 .....	9
1.2.5 碳含量测定方法 .....	10
1.2.6 硫含量测定方法 .....	13
1.2.7 光谱法 .....	15
1.3 思考题 .....	15
2 碳硫分析仪器设备及技术 .....	16
2.1 红外吸收法碳硫分析仪 .....	16
2.1.1 仪器工作原理 .....	17
2.1.2 仪器的基本组成与结构 .....	17
2.1.3 仪器操作、维护与校准 .....	27
2.1.4 高频感应红外吸收法测定碳、硫的分析应用 .....	28
2.1.5 电阻炉红外吸收法测定碳、硫的分析应用 .....	36
2.2 碳分析设备 .....	39
2.2.1 碱石棉吸收重量法测定装置 .....	39
2.2.2 气体容量法测定装置 .....	40
2.2.3 非水滴定法测定装置 .....	41
2.2.4 燃烧-库仑法测定装置 .....	42
2.2.5 电导法仪器 .....	42
2.3 硫分析设备及技术 .....	43
2.3.1 燃烧碘量法测定装置 .....	43



2.3.2 碘酸钾滴定法.....	44
2.4 思考题 .....	44
<b>3 碳硫分析标准方法及应用 .....</b>	<b>45</b>
3.1 碳硫分析前试样的前处理 .....	45
3.2 助熔剂的选取及坩埚的处理 .....	45
3.2.1 助熔剂的作用及选取 .....	45
3.2.2 坩埚的预处理.....	46
3.3 钢铁领域碳硫的分析标准方法与应用 .....	47
3.3.1 钢铁领域碳硫分析的特点 .....	47
3.3.2 应用实例 .....	48
3.4 有色金属材料领域碳硫的分析标准方法与应用 .....	74
3.4.1 有色金属材料领域碳硫分析的特点 .....	74
3.4.2 应用实例 .....	74
3.5 非金属材料领域碳硫的分析标准方法与应用 .....	87
3.5.1 非金属领域碳硫分析的特点 .....	87
3.5.2 应用实例 .....	87
3.6 思考题 .....	97
<b>4 分析结果的数据处理及不确定度评定 .....</b>	<b>98</b>
4.1 分析结果的数据处理 .....	98
4.1.1 碳硫计算参数及定义 .....	98
4.1.2 碳硫测定结果的数据处理及计算方法 .....	102
4.1.3 碳硫分析法中的检出限、精密度、准确度 .....	104
4.1.4 实验数据检验 .....	106
4.1.5 测量结果的检查和最终结果的确定 .....	107
4.1.6 分析结果的稳定性检查(质量控制图) .....	109
4.2 不确定度评定基础 .....	111
4.3 红外吸收法测量不确定度评定 .....	113
4.3.1 建立数学模型 .....	113
4.3.2 不确定度来源的识别 .....	113
4.3.3 不确定度分量的评定 .....	113
4.3.4 合成标准不确定度的评定 .....	115
4.3.5 扩展不确定度的评定 .....	116

4.3.6 测量结果及不确定度表达	116
4.3.7 红外吸收法测定钢中碳含量不确定度的评定	116
4.4 思考题	117
附录 1 GB/T 14265—1993 金属材料中氢、氧、氮、碳和硫分析方法通则	119
附录 2 GB/T 20066—2006 钢和铁 化学成分测定用试样的取样和制样方法(节选)	124
参考文献	155

## 基础理论知识

碳、硫是自然界分布最广的元素。在金属冶炼过程中，不管采取何种冶炼技术，碳、硫均不可避免地被带进金属材料中，形成各种各样的碳化物、硫化物，从而对金属的性能产生影响。因此，在金属材料诸多元素的分析中，碳、硫分析是必不可少的。

### 1.1 碳硫对材料的影响

碳和硫在无机材料中一直是备受关注的两个元素，特别是在钢铁工业中，碳和硫是确定钢铁产品规格和质量的重要元素。

#### 1.1.1 碳

##### 1.1.1.1 碳在钢中的存在状态

碳在钢铁中以化合态和游离态存在。

化合碳：主要以铁碳化合物和合金元素碳化物的形态存在，如  $\text{Fe}_3\text{C}$ 、 $\text{Mn}_3\text{C}$ 、 $\text{Cr}_3\text{C}_2$ 、 $\text{WC}$ 、 $\text{VC}$ 、 $\text{Mo}_2\text{C}$ 、 $\text{TiC}$  等碳化合物， $\text{Fe}_3\text{C}$  能溶解在含氧化剂的浓硫酸和浓硝酸中；而合金元素碳化物难溶于酸，为了促溶增溶，往往要冒高氯酸烟。

游离碳：主要指铁碳固溶体中的碳，如石墨碳、退火碳、无定形碳、结晶形碳等。游离碳一般不溶于酸，借此性质，可分离游离碳。在一定条件下，化合碳可转化成游离碳，如渗碳体转化为铁素体 ( $\text{Fe}_3\text{C} \xrightarrow{1153\text{ }^\circ\text{C}} 3\text{Fe} + \text{C}$  石墨)。

化合碳和游离碳之和称为总碳量。

##### 1.1.1.2 碳在钢中的作用

碳是钢中不可缺少的元素。碳元素是区分钢或铁的主要依据，碳对钢铁的性能起着重要的作用。随着碳含量的增加，钢的硬度和强度得到提高，其韧性和塑性下降；反之，若含碳量减少，则硬度和强度下降，而韧性和塑性增加。

碳含量高于 1.7% 以上的钢铁叫铸铁，低于 1.7% 的钢铁叫钢。通常把含碳量高于 0.60% 的钢叫高碳钢，含碳量在 0.25%~0.60% 之间的钢叫中碳钢，含碳量小于 0.25% 的钢叫低碳钢，含碳量小于 0.04% 的叫工业纯铁。

碳是不锈钢中的重要元素，不锈钢的组织和性能在很大程度上取决于碳含量及其分布状态。碳能显著提高不锈钢的强度，钢的强度随碳含量增加逐级提高。

碳是稳定奥氏体元素，它对奥氏体的稳定作用很强烈，约为镍的 30 倍。在奥氏体钢中，碳也是最有效的固溶强化元素。

### 1.1.1.3 碳对高温钛合金 Ti-60 组织和性能的影响

在 Ti-60 合金中碳的加入量大于 0.17% 时，组织中析出 TiC 结构的碳化物。在  $\alpha + \beta$  相区再结晶，碳偏聚于初生  $\alpha$  ( $\alpha_P$ ) 相，导致碳化物主要在  $\beta$  转变组织中析出，其析出的百分数取决于  $\alpha_P$  体积分数。在  $\beta$  相区热处理，析出的碳化物钉扎  $\beta$  原始晶界，阻碍  $\beta$  晶粒的长大。 $\beta$  晶粒尺寸  $D$ 、碳化物颗粒直径  $d$  和体积分数  $f$  三者遵循  $D/d \propto f^{-1/3}$  关系。随着碳含量的增加， $\beta$  晶粒尺寸减小， $\alpha'$  片层通过界面迁移迅速长大以及形成  $\alpha$  片层的合金元素的扩散速度加快，导致  $\alpha'$  或  $\alpha$  片层的厚度增加。碳的加入量小于 0.09% 时，碳完全固溶于基体中，产生固溶强化， $\beta$  晶粒细小，导致合金的强度和蠕变抗力提高。碳含量增加导致粗大碳化物颗粒的析出，变形时产生应力集中使合金的塑性和蠕变性能降低。

## 1.1.2 硫

### 1.1.2.1 硫在钢中的状态

硫在钢铁中主要以 MnS 和 FeS 的形态存在，仅含少量的其他硫化物。如  $\text{Cr}_2\text{S}_3$ 、VS、TiS、NbS、ZnS 等，而游离态的硫甚少。钢铁中的硫，一般易溶于酸中，在氧化性酸中生成硫酸盐，在非氧化性酸中，生成硫化氢。

所以，钢中的硫含量越低越好，一般来说，普通钢中的硫含量不大于 0.050%，工具钢中硫含量不大于 0.045%，优质钢硫含量不大于 0.020%。

### 1.1.2.2 硫在钢中的作用

硫存在于钢铁内，恶化钢铁质量，降低钢的力学性能及耐蚀性、可焊性。特别是钢中的硫，若以硫化铁状态存在时，它的熔点低（1000 °C 左右），将会引起钢的“热脆”现象，即热变形，高温时工件产生裂纹，影响产品的质量和使用寿命。但是硫在易切削钢中，是作为一种合金元素来改善钢的切削性能。炮弹钢也正是利用“热脆”在爆炸时产生更多的碎片来提高杀伤力。

### 1.1.2.3 硫在其他材料中的作用

#### (1) 硫对铜性能的影响

硫在铜中主要是以硫化物形态存在，而铜的硫化物是高熔点的脆性化合物，它不溶于铜，在铜晶粒边界呈第二相析出，所以对铜的电导性能影响并不大。但是，对铜的力学性能有着明显的影响，例如，当铜中硫含量超过 0.04% 时，便明显地降低铜的拉断延伸率，增加铜的抗拉强度和脆性，影响铜的热加工和冷加工的塑性，严重时还可能在铸坯凝固和热轧操作中引起铸坯的断裂，所以在 GB/T 467—2010《阴极铜》标准中明确规定了硫含量  $< 0.0025\%$ 。但是，随着国民经济的发展，电气电机向小型化方向发展，对超细线的需求日益增加，以及为了提高拉丝生产效率，高速拉丝机不断替代老式的低速拉丝机，因此，对铜杆的拉丝性能提出了越来越高的要求。生产实践证明，虽然硫含量低于 0.04% 时，对铜的力学性能没有明显的影响，但是，对铜的再结晶温度有着明显的影响，随着硫含量的增加再结晶温度提高，随硫含量的增加，再结晶温度几乎成线性函数增加，所以，当铜杆硫含量波动较大时，为了满足拉丝工艺要求，必须有一个较宽的退火温度相适应。

硫在室温铜中的溶解度为零，硫在铜中以  $\text{Cu}_2\text{S}$  的弥散的质点存在。 $\text{Cu}_2\text{S}$  虽然降低了铜的电导率与热导率，但它能显著降低塑性，并能显著改善铜的可切削性能。硫对 99.99% 铜性能的影响见表 1-1。

表 1-1 硫对铜性能的影响

材料状态	硫含量/%	屈服点/MPa	抗拉强度/MPa	伸长率/%	电导率/%LACS	和 HPh59-1 黄铜棒相比的切削性能/%
冷拉铜 (加工率 36%)	0.00	355	366	21.4	99.7	15
	0.15	348	367	14.3	97.8	24
	0.23	361	369	15.0	97.6	33
	0.54	369	382	12.1	95.1	41
	0.78	397	397	7.9	91.6	45
	0.97	398	398	8.6	90.9	45
600 °C 退火 1 h	0.00	610	228	60.0	100	22
	0.15	570	230	53.6	99.3	20
	0.23	550	232	51.4	99.6	21
	0.54	630	236	50.7	96.7	81
	0.78	77	244	45.7	92.5	70
	0.97	77	245	45.7	91.4	70

## (2) 硫对金属镍的影响

有害影响：铅、砷、锑、铋、硫、磷、氢、氧等是有害杂质，它们一般都损害镍及镍合金的加工性能和力学性能。

有利影响：电镀用的阳极纯镍中，允许微量的硫和氧，这是由于电镀用的阳极镍要求在电镀过程中溶解均匀，产生的阳极泥少，能保证镀层表面光滑、分布均匀，与金属结合牢固等。但阳极镍在电镀过程中发生的钝化现象，会造成溶解不均匀及产生过多的阳极泥，从而使镀层质量降低，如果含有 0.002% 以上的硫，能消除阳极镍的钝化现象。因为镍中的硫主要是以硫化镍的形式存在，它与镍形成微电池，破坏了阳极镍上的钝化膜，以保证阳极镍的均匀溶解，因此有时在电镀用的纯镍中还有意地加入少量硫。

## 1.2 碳硫分析技术概述

### 1.2.1 碳硫含量测定方法概述

碳硫含量的测定方法特别是碳含量的测定方法大约有上百年的历史，最原始的方法是通过观察用砂轮机打磨试样产生的火花多少来判断碳含量的高低（纯铁无火花，随着碳含量的增加火花的数量也随着增加，同时形状也随之变化，生铁的火花最多），见图 1-1。

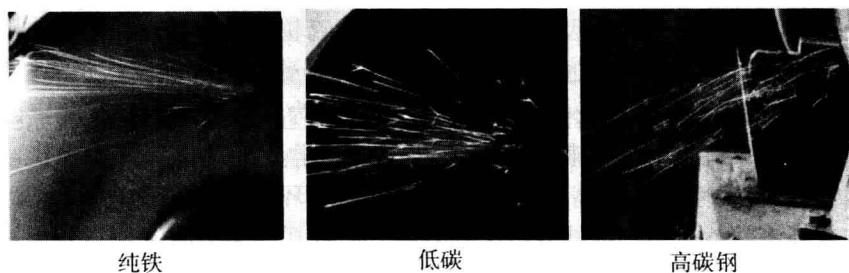


图 1-1 砂轮机打磨产生的火花判断碳含量的高低

随着科学技术的发展，各种方法不断涌现，目前碳硫测定的方法可多达几十种，从分