

doi:10.3969/j.issn.2095-1035.2023.05.014

# 脉冲熔融-红外/热导法测定钛合金粉末 微注射成形脱脂坯中氧氮氢

朱春要 秦建 赵希文 张继明

(江苏省沙钢钢铁研究院有限公司, 江苏 张家港 215625)

**摘要** 准确测定钛合金粉末微注射成形脱脂坯中氧氮氢含量对钛合金的粉末微注射工艺改进有很大指导作用。采用工业镍板经过表面打磨、酸洗、加工成固定质量的镍粒来代替市售的镍粒助熔剂,通过自制镍粒预先加入设备预脱气减少空白影响的方式建立了脉冲熔融-红外/热导法测定钛合金粉末微注射成形的脱脂坯中氧氮氢含量的方法。实验表明,镍粒助熔剂与石墨坩埚经二次脱气,可确保镍粒助熔剂的空白降至极低值以代替市售的镍篮、镍屑等助熔剂。钛合金粉末微注射成形脱脂坯采用振动磨形式加工至 0.178 mm 以下,镍粒的加入量为 1.5 g,分析功率为 5 300 W 时,可以获得稳定准确的结果。采用实验方法对脱脂坯实际样品进行测定,其相对标准偏差(RSD,  $n=6$ )分别为 0.080%~0.47%、0.28%~1.3%和 1.6%~2.0%;采用加入钛合金标准样品进行加标回收实验,氧氮氢加标回收率分别在 95.7%~104%、97.8%~100%及 96.6%~103%。方法满足脱脂坯中的氧氮氢快速检测要求的同时,极大地降低了分析成本。

**关键词** 脉冲熔融;红外热导法;钛合金;粉末微注射成形;氧;氮;氢

中图分类号:O657.33 文献标志码:A 文章编号:2095-1035(2023)05-0499-06

## Determination of Oxygen, Nitrogen and Hydrogen in Micro Injection Molding of Titanium Alloy Powder about Degrease Billets by Impulse Fusion-Infrared Absorption and Thermal Conductivity Method

ZHU Chunyao, QIN Jian, ZHAO Xiwen, ZHANG Jiming

(Institute of Research of Iron and Steel, Jiangsu Province and Sha Steel, Zhangjiagang, Jiangsu 215625, China)

**Abstract** Accurate determination of oxygen, nitrogen and hydrogen content of titanium alloy powder can greatly guide the improvement of powder microinjection process of titanium alloy. Using industrial nickel plate after surface grinding, pickling, processing into a fixed quality of nickel particles to replace commercial nickel flux, by homemade nickel particles added in advance to reduce the impact of the pulse melting-infrared/thermal conductivity, the method of determination, titanium alloy powder micro injection molding of oxygen and nitrogen hydrogen content method. The test shows that nickel particle flux and graphite

收稿日期:2022-08-21 修回日期:2022-10-25

基金项目:江苏省沙钢钢铁研究院创新基金资助项目(IRIS-IP1912AC)

作者简介:朱春要,男,高工,主要从事分析测试方法开发研究。E-mail:zhucy0316@163.com

引用格式:朱春要,秦建,赵希文,等. 脉冲熔融-红外/热导法测定钛合金粉末微注射成形脱脂坯中氧氮氢[J]. 中国无机分析化学, 2023, 13(5): 499-504.

ZHU Chunyao, QIN Jian, ZHAO Xiwen, et al. Determination of Oxygen, Nitrogen and Hydrogen in Micro Injection Molding of Titanium Alloy Powder about Degrease Billets by Impulse Fusion-Infrared Absorption and Thermal Conductivity Method[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2023, 13(5): 499-504.

crucible after secondary degassing, can ensure that the blank of nickel particle flux drop extremely low value, instead of the market sold nickel basket, nickel chips and other flux. The titanium alloy powder is processed by vibration grinding to less than 80  $\mu\text{m}$ , the amount of nickel particles is 1.5 g, and the analytical power is 5 300 W, the stable and accurate results can be obtained. The recovery test of relative standard deviation (RSD,  $n = 6$ ) is 0.080%—0.047%, 0.28%—1.3% and 1.6%—2.0% with titanium alloy is from 95.7%—104%, 97.8%—100% and 96.6%—103%. The method meets the requirement of rapid detection and hydrogen and greatly reduces the analysis cost.

**Keywords** impulse fusion; infrared absorption and thermal conductivity method; titanium alloy; powder micro injection molding; oxygen; nitrogen; hydrogen

粉末微注射成形继承了传统粉末注射成形技术的低成本、复杂形状和高性能三大优势<sup>[1]</sup>,近年来尤其在钛及钛合金的应用上日益凸显<sup>[2-3]</sup>。粉末微注射所成形的结构为微米级范围,工艺过程包括喂料制备、注射成形、脱脂和烧结等环节。其中脱脂过程是最难控制、最费时的环节。脱脂的过程实为黏结剂分解为气体的过程,通过对脱脂坯中氧、氮、氢元素含量的测定可以间接地监控黏结剂的分解效率,从而可指导工艺上改进影响黏结剂挥发的因素<sup>[4-5]</sup>。因此,准确快速检测其中氧、氮和氢对钛合金的粉末微注射工艺改进具有重要意义。

惰气熔融-红外-热导法测定氧氮氢含量已有较多报道<sup>[6-10]</sup>。鲜见针对粉末微注射钛合金中氧氮氢分析的报道,钛合金由于熔点高,在进行气体含量分析时,需要加入一定质量的镍篮、镍屑、镍丝、镍囊等助熔剂与试样一起混合熔融,以降低高温化合物沸点,从而使试样中气体充分释放,进而准确测定。本文采用工业镍板经过表面打磨、酸洗、加工成固定质量的镍粒来代替市售的镍助熔剂,通过自制镍粒预先加入设备预脱气的方式减少空白,达到市售镍助熔剂同等使用效果。再通过试样制备方式、分析功率、镍粒助熔剂加入量等条件优化,建立了脉冲熔融-红外/热导法测定钛合金粉末微注射成形的脱脂坯中氧氮氢含量的方法。相比采用市售镍熔剂,可大幅降低分析成本,完全满足对钛合金粉末微注射成形过程中的脱脂坯的快速检测要求。

## 1 实验部分

### 1.1 仪器与试剂

TCH-600 氧氮氢联测仪(美国 LECO 仪器公司),ZQ 系列超声波清洗机(张家港港星超声有限公司),JQ-RT 剪切机(南京和澳自动化科技有限公司)。氧氮氢联测仪测定时间氧 35 s、氮 55 s、氢 65 s,分析延迟时间氧 5 s、氮 15 s、氢 10 s,比较器水平

氧、氮、氢都设为 1,吹扫时间 15 s,排气周期 2 次,排气时间 20 s,冷却时间 5 s,排气功率 5 800 W,分析功率 5 300 W。ZHM-1A 型振动磨(北京众创创业科技发展有限公司)。

标准样品:钛 LECO 501-653(美国力可公司), $w(\text{O}) = 0.053\%$ , $w(\text{N}) = 0.003\%$ ;钛 LECO 502-135(美国力可公司), $w(\text{H}) = 0.00213\%$ ;钛 YSBS 20701-2006(上海钢铁研究所), $w(\text{O}) = 0.18\%$ , $w(\text{N}) = 0.014\%$ , $w(\text{H}) = 0.0018\%$ ;钛 YSBS 20702-2006(上海钢铁研究所), $w(\text{O}) = 0.31\%$ , $w(\text{N}) = 0.018\%$ , $w(\text{H}) = 0.0014\%$ ;YSBS 20703-2006 钛(上海钢铁研究所), $w(\text{O}) = 0.13\%$ , $w(\text{N}) = 0.0093\%$ , $w(\text{H}) = 0.0010\%$ ;YSBS 20704-2006 钛(上海钢铁研究所), $w(\text{O}) = 0.16\%$ , $w(\text{N}) = 0.0089\%$ , $w(\text{H}) = 0.00295\%$ 。

锡囊(气体分析用,北京有色金属研究总院),镍粒 LECO 501-598(美国力可公司),镍篮 LECO 502-345, $w(\text{O}) \leq 0.0005\%$ , $w(\text{N}) \leq 0.00005\%$ ,自制镍粒,所用盐酸、硝酸、冰醋酸、乙醇、丙酮均为分析纯试剂。

### 1.2 助熔剂及试样的处理

助熔剂的处理:将氧、氮、氢空白值均不大于 0.01% 的工业镍板进行表面打磨,切割成条状或车成圆柱状后在  $V(\text{冰醋酸}) : V(\text{硝酸}) : V(\text{盐酸}) = 75 : 25 : 2$  的酸洗液中,保持微热(60~70  $^{\circ}\text{C}$ )酸洗 50 s,以除去镍粒表面未能完全打磨干净的微量氧化物或砂粒打磨时镶入表面的砂粒,再剪切质量为(1.50 $\pm$ 0.10) g 的镍粒,将镍粒使用超声清洗机分别用水、乙醇、丙酮有机试剂快速清洗除污,干燥后,储存在密封塑料瓶中作为助熔剂备用。

试样的处理:将脱脂坯制备为粒度小于 80 目(0.178 mm)的分析试样,备用。

### 1.3 实验方法

以高纯氮气为载气,压缩空气为动力气,调节载

气输出压力为 0.2 MPa,动力气压力为 0.4 MPa,待设备稳定后进行试样分析。按照设定实验条件,在套坩埚内坩埚(内坩埚放入外坩埚中)中预先加入自制镍粒,用锡囊包裹 0.05~0.13 g 分析试样,挤尽囊内空气,卷成粒状,按设备分析顺序投入进样器,按分析键进行分析。仪器自动通过钛合金标准样品绘制的校准曲线计算试样中氧、氮、氢含量并以质量分数显示。

试样分析前进行空白实验并校正。

## 2 结果与讨论

### 2.1 镍粒助熔剂的制备

市场上有镍篮、镍屑、镍囊等镍专用助熔剂销售,其氧、氮、氢各成分含量一般要求小于 0.0010%,

其冶炼和加工工序繁琐,成本较高,造成采购价格也很高。工业镍板相对于市场上销售的镍蓝、镍屑、镍囊等助熔剂,有明显的价格优势。工业镍板表面粗糙,存在氧化层,需经加工处理后,制备成镍粒。但工业镍板中氧、氮、氢气体成分含量比市售的镍助熔剂要高,即测试的空白值较高。实验采用氧、氮、氢空白值均不大于 0.01% 的工业镍板进行表面打磨除锈,切割成条状后,剪切成质量为(1.50±0.10) g 的规则长条形镍粒助熔剂;在 V(冰醋酸):V(硝酸):V(盐酸)=75:25:2 的酸洗液中,保持微热(60~70 °C)酸洗 50 s,可将镍粒表面未能完全打磨干净的微量氧化物或砂轮打磨时镶入表面的砂粒酸洗除去(表 1),取出后,在超声清洗机分别用水、乙醇、丙酮有机试剂快速清洗除污,干燥后,储存在密封塑料瓶中备用。

表 1 酸洗前后空白值结果

Table 1 Blank of flux agent about before and after improving the analysis process

助熔剂空白	O				N				H			
	测定值		平均值		测定值		平均值		测定值		平均值	
自制镍粒	0.001 1	0.001 2	0.001 2	0.001 2	0.000 03	0.000 02	0.000 03	0.000 03	0.000 0	0.000 01	0.000 01	0.000 006
酸洗后自制镍粒	0.000 76	0.000 90	0.000 71	0.000 79	0.000 03	0.000 03	0.000 03	0.000 03	0.000 01	0.000 0	0.000 0	0.000 003

### 2.2 试样的制备

由于脱脂坯是在注射成形后由脱脂炉将注射坯中的主体黏结剂脱除但未经烧结的粉末预成形件,所残留的骨架黏结剂用于维持产品形状以便将脱脂件移入烧结阶段,整体呈疏松状态,采用酸洗或丙酮等有机溶剂清洗均会导致清洗溶剂进入样品内部残留,影响分析结果,因此不适合对试样进行清洗操作。考察了直接剪取小块进行氧氮氢含量测试,氮氢含量相对稳定,氧含量波动较大,见图 1,推测可能脱脂坯内部存在不均导致。显然,在不制样的情况下,直接测定样品易造成结果不准确。

为获得均匀且有代表性的样品,分别考察了采用研钵研磨和振动研磨两种制样方式对试样结果的影响,实验证明,试样粒度小于 0.178 mm 即可获

得稳定结果,在粒度小于 0.178 mm 下不同制样方式分析结果见表 2。

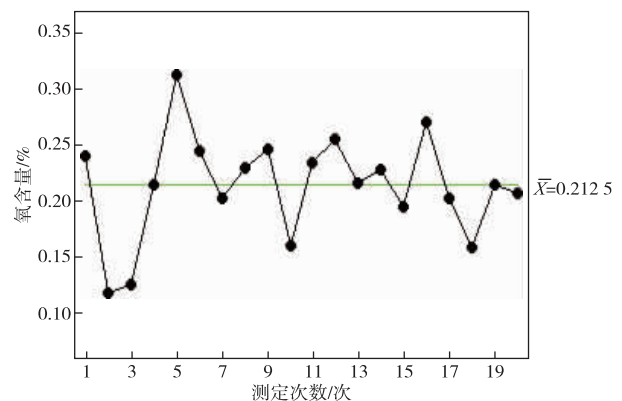


图 1 原样氧含量结果统计图

Figure 1 Statistical chart of original oxygen content results.

表 2 不同制样方法的结果对比

Table 2 Comparison results with different sample preparation methods

制样方式	元素	测定值 w/%						平均值 w/%	RSD/%
原样	O	0.12	0.21	0.32	0.18	0.27	0.18	0.21	30.6
	N	0.005 7	0.005 6	0.005 8	0.005 6	0.005 6	0.005 8	0.005 7	1.7
	H	0.004 8	0.005 0	0.004 9	0.004 9	0.005 0	0.005 0	0.004 9	1.7
研钵研磨	O	0.22	0.22	0.22	0.22	0.22	0.22	0.22	0.17
	N	0.006 0	0.005 7	0.005 8	0.006 1	0.005 6	0.005 8	0.005 8	3.2
	H	0.004 9	0.005 3	0.005 0	0.005 2	0.005 3	0.005 0	0.005 1	3.4
振动磨制样	O	0.22	0.21	0.21	0.21	0.21	0.21	0.21	0.14
	N	0.005 6	0.005 8	0.005 9	0.005 9	0.005 6	0.005 9	0.005 8	2.5
	H	0.005 2	0.005 4	0.005 0	0.005 2	0.005 0	0.005 3	0.005 2	3.1

由表 2 可知,为兼顾分析样品均匀性及精密度,优先选择振动磨制样。

### 2.3 镍粒助熔剂加入方式

氧氮氢联测仪常规的测试步骤是先将石墨坩埚脱气,然后将镍助熔剂与试样同时投样,再用脉冲加热熔融进行分析,则测定结果为镍助熔剂与试样中气体含量的总和。采用该测试方式必须扣除镍助熔剂的空白值,但如果镍助熔剂质量不稳定会造成空白值波动大,这尤其对低含量气体元素的测试有较大影响。由表 1 可见,酸洗后自制镍粒的氧含量虽然不是很高,但还是不小于 0.0005%,且分析值不够稳定,所以不能与样品同时加入石墨坩埚熔融。

为了进一步解决镍粒助熔剂空白较高,分析值不够稳定的问题,采用先将镍粒助熔剂预先加入套坩埚内坩埚随同坩埚进行脱气的方式投放,由于镍助熔剂先在 5 800 W 功率下脉冲加热进行脱气,再放入样品分析,镍粒的氧、氮、氢气体被预先排除,空白值几乎为零值,不再影响实验,如图 2 所示。氧空白值降幅最为明显,经第一次排气,氧、氮、氢空白值分别由初始的 0.00091%、0.00004%、0.00001%分别降至 0.00062%、0.00002%、0.00001%,经二次

排气后,氧空白值可降至 0.00003%,氮、氢空白值稳定在 0.00002%左右。

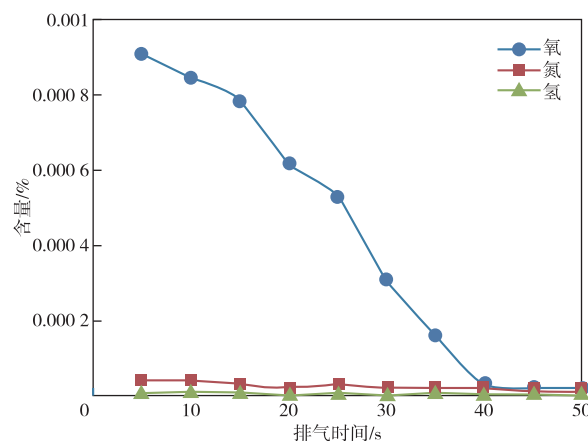


图 2 排气时间对镍粒空白值的影响

Figure 2 Effects of outgas on the blank of nickel particle.

### 2.4 镍粒助熔剂的加入量

镍粒的加入量对脱脂坯试样的熔融效果及气体能否完全释放影响很大,即对分析结果的准确性影响很大。按实验方法分别对 0.10 g 脱脂坯试样加入 0.5、1.0、1.5、2.0 g 镍粒助熔剂来研究镍粒的最佳加入量,测试数据见表 3。

表 3 镍粒助熔剂加入量对氧、氮、氢测定结果的影响

Table 3 Influence of nickel flux agent mass on the determination results of oxygen, nitrogen and hydrogen

镍粒加入量 <i>m/g</i>	氧测定值 <i>w/%</i>			氧平均值 <i>w/%</i>			氮测定值 <i>w/%</i>			氮平均值 <i>w/%</i>			氢测定值 <i>w/%</i>			氢平均值 <i>w/%</i>		
0.5	0.013	0.019	0.026	0.023	0.000 3	0.000 2	0.000 7	0.000 4	0.002 7	0.003 1	0.003 0	0.002 9	0.002 9	0.003 0	0.003 0			
1.0	0.039	0.036	0.040	0.038	0.001 6	0.001 0	0.001 3	0.001 3	0.002 8	0.003 2	0.003 0	0.003 0	0.003 0	0.003 0	0.003 0			
1.5	0.065	0.063	0.063	0.063	0.002 7	0.003 2	0.002 7	0.002 9	0.002 9	0.003 1	0.003 2	0.003 1	0.003 1	0.003 2	0.003 1			
2.0	0.063	0.064	0.063	0.063	0.002 3	0.002 3	0.002 5	0.002 4	0.002 8	0.003 3	0.003 0	0.003 0	0.003 0	0.003 0	0.003 0			

通过表 3 可以看出,镍粒助熔剂加入量小于 1.5 g 时,脱脂坯的氧和氮测定结果很不稳定。加入量为 0.5 g 时氮完全释放不出来,这是由于镍粒助熔剂的加入量太少,熔化后不能完全覆盖石墨坩埚底部形成镍浴,当样品进入坩埚时不能被镍助熔剂完全包裹,部分样品靠设备直接加热熔解不完全甚至熔解不了,这种影响对于分析氮含量尤其严重。钛与石墨在高温下会生成 TiC 硬壳阻碍气体氮的释放,所以要用足量的镍液在石墨坩埚底部及周边形成镍浴使样品完全包裹在镍助熔剂中起到最佳的助熔效果。通过实验发现镍粒 1.5 g 时助熔剂效果最佳。镍粒的加入量也不宜太多,一方面造成浪费,还容易产生高温飞溅污染设备,另一方面过量的镍对分析氮含量不利。

### 2.5 分析功率的影响

分析功率关系到试样的熔融状态及气体的释放情况,按照实验方法,在不同功率下进行实验。粉末微注射成形脱脂坯中氧、氮、氢测定结果如表 4 所示。

表 4 不同分析功率下氧、氮、氢测定结果

Table 4 Determination of oxygen, nitrogen and hydrogen at different power

功率 <i>P/W</i>	现象	测定值 <i>w/%</i>		
		O	N	H
4 500	未完全融化、拖尾	0.038	0.000 8	0.002 4
4 800	未完全融化、拖尾	0.046	0.002 3	0.002 7
5 000	基本融化、释放不完全	0.061	0.012	0.002 5
5 300	融化完全、释放完全	0.065	0.013	0.002 7
5 500	融化完全、释放完全	0.065	0.013	0.002 9
5 800	融化完全、释放完全	0.065	0.013	0.002 7

由表4实验结果可以看出,分析功率等于或大于5300W时,粉末微注射成形脱脂坯中氧氮氢释放情况良好,因此,实验选择功率为5300W。

## 2.6 精密度实验

按照实验方法分别选取3种钛合金粉末微注射成形脱脂坯样品进行6次平行测定,结果见表5。由表5可见,精密度相对标准偏差(RSD,  $n=6$ )为

0.080%~2.0%,精密度良好。

## 2.7 加标回收实验

选取钛合金标准样品YSBS 20701-2006~YSBS 20704-2006作为加标样品,随同脱脂坯试样按照实验方法进行加标回收实验,结果见表6。由表6可见,氧氮氢三种元素加标回收率在95.7%~104%,满足分析要求。

表5 精密度结果

Table 5 Precision test results( $n=6$ )

样品编号	元素	测定值 $w/\%$						平均值 $w/\%$	RSD/ $\%$
1#	O	0.20	0.20	0.21	0.21	0.20	0.21	0.21	0.080
	N	0.029	0.029	0.029	0.029	0.029	0.029	0.029	0.28
	H	0.0048	0.0050	0.0049	0.0049	0.0050	0.0050	0.0049	1.7
2#	O	0.066	0.065	0.066	0.066	0.065	0.066	0.065	0.13
	N	0.013	0.013	0.013	0.013	0.013	0.013	0.013	0.40
	H	0.0031	0.0031	0.0032	0.0032	0.0032	0.0032	0.0032	1.6
3#	O	0.028	0.028	0.028	0.028	0.028	0.028	0.028	0.47
	N	0.011	0.011	0.011	0.011	0.011	0.011	0.011	1.3
	H	0.0042	0.0041	0.0042	0.0042	0.0040	0.0042	0.0042	2.0

表6 加标回收实验结果

Table 6 Results of recovery test  $\%$

样品编号	元素	测定值	加标量	测定总量	回收率
1#	O	0.21	0.094	0.30	95.7
	N	0.029	0.014	0.043	100
	H	0.0049	0.0092	0.014	98.9
2#	O	0.065	0.13	0.20	104
	N	0.013	0.014	0.027	100
	H	0.0032	0.0030	0.0061	96.6
3#	O	0.028	0.056	0.084	100
	N	0.011	0.0092	0.020	97.8
	H	0.0042	0.0095	0.014	103

## 3 结论

工业镍板经过表面打磨、酸洗、加工成固定质量并采用预先加入石墨套坩埚脱气的方式,减少了助熔剂空白影响,使其达到市售镍助熔剂同等使用效果,极大降低了分析成本。利用自制助熔剂,在分析功率5300W、试样粒度小于0.178mm等优化条件下进行了脉冲熔融-红外/热导法测定钛合金粉末微注射成形脱脂坯实际试样中氧氮氢的含量。相对标准偏差0.080%~2.0%;加标回收率为97.0%~103%。方法精密度好、准确度高,完全满足钛合金粉末微注射成形过程中的脱脂坯质量控制要求。

### 参考文献

[1] LIU L, MA Y H, HE Z Y. Rheological behavior of

zirconia feedstock flowing through various channels considering wall-slip[J]. *Ceramics International*, 2018, 44(18):22387-22392.

[2] 郭鲤,詹浩,游玉萍,等. 钛及钛合金粉末注射成形的研究进展[J]. *机械工程材料*, 2018, 42(6):15-21.

GUO Li, ZHAN Hao, YOU Yuping, et al. Research progress on powder injection molding of titanium and titanium alloy[J]. *Materials for Mechanical Engineering*, 2018, 42(6):15-21.

[3] 刘超,孔祥吉,吴胜文,等. 钛及钛合金金属粉末注射成形技术的研究进展[J]. *粉末冶金技术*, 2017, 35(2):150-158.

LIU Chao, KONG Xiangji, WU Shengwen, et al. Research progress on metal injection molding of titanium and titanium alloys[J]. *Powder Metallurgy Technology*, 2017, 35(2):150-158.

[4] 刘春林,张钱鹏,邬均文,等. Ti-6Al-4V金属粉末注射成形喂料的制备与性能表征[J]. *热加工工艺*, 2020, 49(6):98-102.

LIU Chunlin, ZHANG Qianpeng, WU Junwen, et al. Preparation and property characterization of Ti-6Al-4V feedstock by metal powder injection molding[J]. *Hot Working Technology*, 2020, 49(6):98-102.

[5] 刘超,孔祥吉,吴胜文,等. 生物医用纯钛的粉末微注射成形工艺研究[J]. *粉末冶金工业*, 2017, 27(1):22-26.

LIU Chao, KONG Xiangji, WU Shengwen, et al. Research on micro metal injection molding of titanium for biomedical applications [J]. *Powder Metallurgy Industry*, 2017, 27(1):22-26.

- [6] 王宽,李波,孙宝莲,等. 惰气熔融-红外吸收法测定镍钛合金中的氧含量[J]. 中国无机分析化学, 2012, 2(4):47-49.  
WANG Kuan, LI Bo, SUN Baolian, et al. Determination of oxygen content in nickel-titanium alloys by inert gas fusion-infrared absorption method[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2012, 2(4):47-49.
- [7] 翟可新,王勇,刘元清,等. 惰性气体熔融-热导/红外法同时测定钛合金中氧氮氢[J]. 冶金分析, 2015, 35(2): 27-30.  
ZHAI Kexin, WANG Yong, LIU Yuanqing, et al. Simultaneous determination of oxygen, nitrogen and hydrogen in titanium alloys by inert gas fusion-thermal conductivity/infrared method[J]. Metallurgical Analysis, 2015, 35(2):27-30.
- [8] 杨倩倩,张长均,赵雷,等. 惰气熔融-红外光谱法测定锆铍合金中的氧[J]. 中国无机分析化学, 2013, 3(2): 60-62.  
YANG Qianqian, ZHANG Changjun, ZHAO Lei, et al. Determination of oxygen in Pr-Nd-Dy by inert gas fusion-infrared absorption [J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2013, 3(2):60-62.
- [9] 宗国强,王荣荣,崔振华,等. 惰气熔融-红外光谱法测定 LiF 中的氧含量[J]. 中国无机分析化学, 2021, 11(6): 103-106.  
ZONG Guoqiang, WANG Rongrong, CUI Zhenhua, et al. Determination of oxygen content in LiF by inert gas fusing-infrared spectroscopy[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2021, 11(6):103-106.
- [10] 李延珍,霍艳,姜辰,等. 惰气熔融-热导/红外法测定钛合金中氧氮氢[J]. 冶金分析, 2021, 41(6):87-93.  
LI Yanzhen, HUO Yan, JIANG Chen, et al. Determination of oxygen, nitrogen and hydrogen in titanium alloy by inert gas fusion-thermal conductivity/infrared method[J]. Metallurgical Analysis, 2021, 41(6): 87-93.