



中华人民共和国国家标准

GB/T 223.82—2007

钢铁 氢含量的测定 惰气脉冲熔融热导法

Steel and iron—Determination of hydrogen content—
Inert gas impulse fusion heat conductivity method

2007-09-11 发布

2008-02-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

GB/T 223 的本部分的附录 A 是资料性附录。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由全国钢标准化技术委员会归口。

本部分主要起草单位：中国科学院金属研究所。

本部分主要起草人：朱跃进、姜志民、李素娟。

钢铁 氢含量的测定 惰气脉冲熔融热导法

1 范围

GB/T 223 的本部分规定了用惰气脉冲熔融热导法测定钢铁中的氢含量的方法。

本方法适用于钢铁中质量分数为 $0.20 \mu\text{g/g} \sim 30.0 \mu\text{g/g}$ 氢含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过在 GB/T 223 的本部分中引用而构成本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 6379.1 测试方法与结果的准确度(正确度和精密度) 第1部分:总则与定义 (GB/T 6379.1—2004, ISO 5725-1:1994, IDT)

GB/T 6379.2 测试方法与结果的准确度(正确度和精密度) 第2部分:确定标准测量方法的重复性和再现性的基本方法 (GB/T 6379.2—2004, ISO 5725-2:1994, IDT)

GB/T 14265 金属材料中氢、氧、氮、碳和硫分析方法通则

GB/T 20066 钢和铁 化学成分测定用试样的取样和制样方法 (GB/T 20066—2006, ISO 14284:1996, IDT)

3 原理

将制备好的试料置于加样口内,投入经脱气的石墨坩埚中,在流动惰气中高温熔融,析出的氢气与其他气体分离,通过热导池检测;根据热导率变化,计算出氢含量。

4 试剂与材料

- 4.1 高纯载气(99.99%),可以是氢气或氮气,根据仪器制造商推荐而定。
- 4.2 动力气,氮气、氢气或压缩空气,油和水含量小于0.5%;禁用可燃气体。
- 4.3 丙酮、乙醚或四氯化碳(分析纯)。
- 4.4 无水高氯酸镁,颗粒试剂。
- 4.5 分子筛,其性能满足测试要求。
- 4.6 Schutze 试剂。
- 4.7 石墨坩埚,一次性使用,由高纯石墨制成。

5 仪器

5.1 仪器性能

测氢仪包括电极炉、热导池测量系统、分析气流杂质去除装置以及辅助净化系统。仪器的灵敏度要求在 $\pm 0.01 \mu\text{g/g}$ 或更高,精确度在 $\pm 0.1 \mu\text{g/g}$ 或 $\pm 2\%$ 读数或更精确。

5.2 仪器准备

5.2.1 按仪器制造厂家提供的说明书要求开机,确认仪器上流量计和压力表等指示在指定位置。检查

仪器的杂质去除装置和辅助净化系统过滤器和试剂是否有效,若失效需清洗或更换。

5.2.2 必要时,在电源连接和水冷系统开启的情况下,对仪器进行漏气检查。

5.2.3 设置仪器参数,预热稳定仪器。若长时间关机,开机后必须有足够的时间进行预热使仪器稳定。更换过滤器、净化试剂后仪器处于非作业状态,需通过(2~3)次空烧稳定仪器。

5.2.4 系统空白必须相对稳定,对低含量 $<1\text{ }\mu\text{g/g}$ 样品空白必须降到所测定含量的50%以下。如果仪器有自动空白扣除功能,调零后测量空白读数,待仪器稳定,最后三次测量值相差 $<10\%$ 时,输入最后三次空白的平均值,进行自动扣除。

6 取样与制样

钢铁材料中氢在取制样过程中极易损失和污染,在取样、保存和制样过程中必须避免氢损失和被环境粘污。氢损和样品温度、环境氢分压、样品存放时间等有很大关系。

6.1 炉前取样是一项专业技术,必须使用特制的取样装置。一种新的炉前取样方法或新取样装置应用实施前,必须对其可靠性和有效性进行评估,并出据评估报告备案。炉前取得的样品若需较长时间保存(不超过24小时),可存放于干冰或液氮中,短时间可保存于干燥器中,在操作时使用镊子并避免水汽在样品表面凝结。取样方法按照GB/T 20066。

6.2 锭或型材上取样时,必须防止发热,试样加工温度应低于 50°C 。

6.3 制备试样时,可用车床加工,边车边用无水乙醇冷却。也可缓慢打磨试样表面,去掉粘污层,截取合适尺寸的长条状样品,质量为 $0.5\text{ g}\sim 2.5\text{ g}$ 之间。氢含量越低,要求样品量越大。用四氯化碳、乙醚或丙酮清洗,自然风干或冷风吹干备用。

6.4 类似于充氢试样等制备好的现成样品仅用四氯化碳、乙醚或丙酮清洗、风干或冷风吹干后即可直接使用。

7 校准

7.1 要求

使用的仪器必须是经过定期校验和校准的,出现以下任何一种非正常情况时,必须对仪器进行重新校准,以确保测量的可靠性和有效性:

- 1) 仪器中毒被污染,做任何试样和标样均拖长尾,清理污染后校准;
- 2) 对分析结果有影响的突发故障,故障排除后必须校准;
- 3) 主要参数被更改后必须校准。

7.2 校准步骤

准备至少四个平行的尺寸合适、质量在 $0.5\text{ g}\sim 2.5\text{ g}$ 之间的钢中氢标准物质/标准样品,其氢含量接近或略大于未知样品氢含量。按照测量(8)对每个标准样品至少测量两次,以其平均值校准仪器。用第3或第4个标准样品检验校准情况。若两次测定结果不超差,则认定校准有效。否则重新校准仪器。

8 测量

8.1 分析步骤

设置仪器进入作业状态;按照6制取样品,质量在 $0.5\text{ g}\sim 2.5\text{ g}$ 之间,称量,输入样品量,将样品放入仪器装样器中。按照仪器使用说明书开启分析循环,完成每一个完整的分析过程。

8.2 分析条件(推荐)

- 1) 脱气功率 $3\text{ }000\text{ W}$ 或电流 850 A ;
- 2) 分析功率 $2\text{ }500\text{ W}$ 或电流 700 A ;
- 3) 分析时间 90 s 。

9 结果计算

氢含量以质量分数 $\mu\text{g/g}$ 计。

10 精密度

本方法的精密度试验由 9 个协作单位 9 个实验室对氢元素的 5 个含量水平进行测定,每个实验室对每个元素的各含量水平在 GB/T 6379.1 规定的重复性条件下测定 3 次。各实验室报出的原始数据(测定值)见附录 A(资料性附录)。原始数据按照 GB/T 6379.2 进行统计分析,精密度见表 1。

表 1 重复性限 r 和再现性限 R

元素	水平范围/ $(\mu\text{g/g})$	重复性限 r	再现性限 R
氢	0.20~30.0	$\lg r = -0.686\ 2 + 0.554\ 9 \lg m$	$R = 0.081\ 52 + 0.152\ 1\ m$

重复性限(r)、再现性限(R)按以上表 1 给出的方程求得。

式中 m 是两个测定值的平均值,单位为 $\mu\text{g/g}$ 。

在重复性条件下,获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于重复性限(r),大于重复性限(r)的情况以不超过 5%为前提;

在再现性条件下,获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于再现性限(R),大于再现性限(R)的情况以不超过 5%为前提。

11 试验报告

试验报告应包括以下内容:

- 所有辨别样品、实验室及分析数据所需的内容;
- 引用本部分所用的方法;
- 结果及表达形式;
- 测量过程中观察到的异常现象;
- 任何本部分中未规定的操作或任何可能影响结果的操作;
- 试验所用的仪器和试验日期。

附录 A

(资料性附录)

惰气脉冲熔融热导法测定钢铁中氢含量精密度试验原始数据

表 A.1

实验室	氢含量(质量分数)/(μg/g)				
	水平-1	水平-2	水平-3	水平-4	水平-5
1	0.29	1.9	4.3	5.3	28.4
	0.25	1.7	4.5	5.3	28.7
	0.24	1.9	4.2	5.5	29.2
2	0.15	2.1	5.0	5.6	29.8
	0.28	2.1	5.0	5.5	30.1
	0.15	1.8	5.1	5.6	31.0
3	0.24	1.8	4.6	5.6	27.5
	0.23	1.8	4.7	5.9	27.1
	0.24	1.9	4.7	6.1	27.3
4	0.26	1.8	4.8	5.9	30.2
	0.20	1.8	4.9	6.0	30.2
	0.27	1.7	4.9	6.0	29.5
5	0.24	1.7	5.0	5.4	26.6
	0.20	1.8	4.7	5.4	26.3
	0.23	2.1	4.7	5.4	27.8
6	0.27	1.9	5.0	5.8	27.5
	0.24	2.0	4.7	6.2	28.0
	0.22	1.9	4.5	6.1	29.3
7	0.28	1.8	4.7	5.8	27.0
	0.28	1.7	4.7	5.6	29.3
	0.22	1.7	4.7	5.5	28.4
8	0.21	1.5	4.8	6.0	28.5
	0.26	1.8	4.8	6.1	28.8
	0.26	1.7	4.9	5.9	28.7
9	0.27	1.6	4.8	5.8	24.6
	0.27	1.8	4.9	6.1	24.8
	0.34	1.5	4.8	6.1	24.0



GB/T 223.82-2007

版权专有 侵权必究

*

书号: 155066 · 1-30593

定价: 10.00 元