



中华人民共和国国家标准

GB/T 24583.4—2019
代替 GB/T 24583.4—2009

钒氮合金 碳含量的测定 红外线吸收法

Vanadium-nitrogen—Determination of carbon content—
Infrared absorption method

2019-06-04 发布

2020-05-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

GB/T 24583 钒氮合金的分析方法共分为 8 个部分：

- GB/T 24583.1 钒氮合金 钒含量的测定 硫酸亚铁铵滴定法；
- GB/T 24583.2 钒氮合金 氮含量的测定 惰性气体熔融热导法；
- GB/T 24583.3 钒氮合金 氮含量的测定 蒸馏-中和滴定法；
- GB/T 24583.4 钒氮合金 碳含量的测定 红外线吸收法；
- GB/T 24583.5 钒氮合金 磷含量的测定 铈磷钼蓝分光光度法；
- GB/T 24583.6 钒氮合金 硫含量的测定 红外线吸收法；
- GB/T 24583.7 钒氮合金 氧含量的测定 红外线吸收法；
- GB/T 24583.8 钒氮合金 硅、锰、磷、铝含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 GB/T 24583 的第 4 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 24583.4—2009《钒氮合金 碳含量的测定 红外线吸收法》。本部分与 GB/T 24583.4—2009 相比，主要技术变化如下：

- 修改了“规范性引用文件”(见第 2 章,2009 年版的第 2 章)；
- 修改了原理的描述(见第 3 章,2009 年版的第 3 章)；
- 修改了氧气的纯度(见 4.7,2009 年版的 4.7)；
- 修改了试样的采取和制备方法(见第 6 章,2009 年版的第 6 章)；
- 修改了“分析结果的表示”(见第 8 章,2009 年版的第 8 章)；
- 用实验室间精密度共同试验数据统计的重复性限 r 和再现性限 R 代替了允许差(见第 9 章,2009 年版的第 9 章)。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由全国生铁和铁合金标准化技术委员会(SAC/TC 318)归口。

本部分起草单位：攀钢集团有限公司、河钢股份有限公司承德分公司、国家钒钛制品质量监督检验中心、交城义望铁合金有限责任公司、青岛中科联实验室技术服务有限公司、冶金工业信息标准研究院。

本部分主要起草人：杨新能、周开著、钟华、李兰杰、冯宗平、罗平、卢明亮、李秀峰、李小青、仲利、章伟、郑小敏、王娟、刘雅健、成勇、卢春生。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 24583.4—2009。

钒氮合金 碳含量的测定

红外线吸收法

警示——使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

GB/T 24583 的本部分规定了红外线吸收法测定钒氮合金中的碳含量。

本部分适用于钒氮合金中碳含量的测定。测定范围(质量分数):1.00%~15.00%。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6379.1 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第1部分:总则与定义

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第2部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 20567 钒氮合金

3 原理

试料于高频感应炉的氧气流中加热燃烧,碳生成二氧化碳由氧气流载至红外线分析器的测量室,二氧化碳吸收特定波长的红外能,其吸收能与其浓度成正比,根据检测器接收能量的变化可测定碳含量。

4 试剂和材料

4.1 高氯酸镁,无水、粒状。

4.2 碱石棉,粒状。

4.3 玻璃棉。

4.4 钨粒,碳含量不大于0.002%,粒度0.8 mm~1.4 mm。

4.5 纯铁,碳含量不大于0.002%。

4.6 锡粒,碳含量不大于0.002%。

4.7 氧气,纯度不低于99.5%。

4.8 动力气源,氮气或压缩空气,其杂质(水和油)含量小于0.5%。

4.9 陶瓷坩埚, $\phi 23\text{ mm}\times 23\text{ mm}$ 或 $\phi 25\text{ mm}\times 25\text{ mm}$,在不低于1 000 ℃的高温加热炉中灼烧1 h或通氧灼烧至空白值为最低。

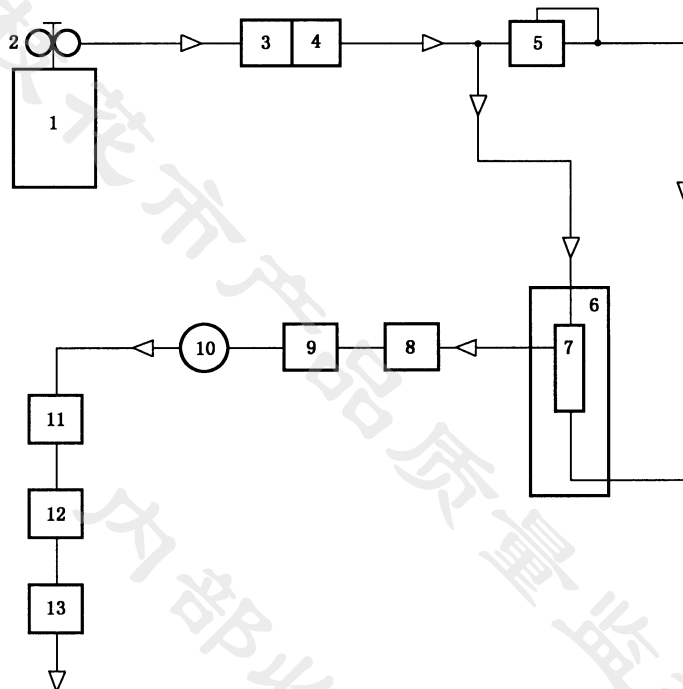
5 仪器和设备

5.1 红外线吸收定碳仪(灵敏度为 0.000 1%)

装置连接图如图 1 所示。

5.1.1 洗气瓶,内装碱石棉(见 4.2)。

5.1.2 干燥管,内装高氯酸镁(见 4.1)。



说明:

- | | |
|--------------|------------------|
| 1 ——氧气瓶; | 7 ——燃烧管; |
| 2 ——两级压力调节器; | 8 ——除尘器; |
| 3 ——洗气瓶; | 10 ——流量控制器; |
| 4、9 ——干燥管; | 11 ——氧化碳转化器; |
| 5 ——压力调节器; | 12 ——除硫器; |
| 6 ——高频感应炉; | 13 ——二氧化碳红外线检测器。 |

图 1 红外线吸收定碳仪装置连接图

5.2 气源

5.2.1 载气系统包括氧气瓶、两级压力调节器及保证提供合适压力和额定流量的时序控制部分。

5.2.2 动力气源包括动力气(氮气或压缩空气)、两级压力调节器及保证提供合适压力和额定流量的时序控制部分。

5.3 高频感应炉

应满足试样熔融温度的要求。

5.4 控制系统

控制功能包括自动装卸坩埚和炉台升降、自动清扫、分析条件选择设置、分析过程的监控和报警中

断、分析数据的采集、计算、校正及处理等。

5.5 测量系统

主要由微处理机控制的电子天平(感量 0.1 mg)、红外线分析器及电子测量元件组成。

6 取样及制样

按照 GB/T 20567 的规定进行试样的采取和制备,试样应全部通过 0.125 mm 筛孔。

7 分析步骤

7.1 测定次数

对同一试样,至少独立测定 2 次。

7.2 试料

称取试样 0.15 g,精确至 0.000 1 g。

7.3 分析准备

7.3.1 按仪器使用说明书调试检查仪器(主要进行气密性检查),使仪器处于正常稳定状态。

7.3.2 选择设置最佳分析条件。

7.3.3 应用试样及助熔剂按 7.6 进行两次试测,以确定仪器是否正常。

7.4 空白试验

称取 0.5 g 纯铁(见 4.5)、0.2 g 锡粒(见 4.6)和 1.5 g 钨粒(见 4.4)置于坩埚(见 4.9)中,于同一量程或通道,按 7.6 进行测定。重复测定直到读数比较稳定为止。记录最后三次读数,计算平均值,并参考仪器说明书,将平均值输入到红外线吸收定碳仪中,则仪器在测定试料时会进行空白值的电子补偿。

7.5 校正试验

7.5.1 根据待测试样的碳含量,选择相应的量程或通道,并选择至少两个标准样品(标准样品碳含量范围应覆盖待测样品碳含量)。依次进行校正,测定结果的波动应在再现性限 R 范围内,以确认系统的线性,否则应按仪器说明书调节系统的线性。

7.5.2 不同量程或通道,应分别测其空白值并校正。

7.5.3 当分析条件变化时,如仪器尚未预热到 1 h,氧气源、坩埚或助熔剂的空白值发生改变时,都要求重新测定空白并校正。

7.6 测定

7.6.1 按待测试样的碳含量范围,分别选择仪器的最佳分析条件:如仪器的燃烧积分时间、比较水准(或设定数)的设置等。

7.6.2 将试料(见 7.2)置于坩埚(见 4.9)中,覆盖 0.5 g 纯铁(见 4.5)、0.2 g 锡粒(见 4.6)和 1.5 g 钨粒(见 4.4),将坩埚置于炉台坩埚座上,按仪器说明书操作,测定并读取结果。

8 分析结果的表示

同一试样两次独立分析结果差值的绝对值不大于重复性限 r ,则取算术平均值作为分析结果。如

果两次独立分析结果差值的绝对值大于重复性限 r ，则按照附录 A 的规定追加测量次数并确定分析结果。

分析结果按 GB/T 8170 将数值修约至小数点后两位。

9 精密度

本部分的精密度数据是在 2017 年由 8 个实验室对 5 个水平的碳含量进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的碳含量在 GB/T 6379.1 规定的重复性条件下独立测定 3 次。共同试验数据按 GB/T 6379.2 进行统计分析，确定的重复性限 r 和再现性限 R 见表 1。各实验室报出的原始数据参见附录 B。

表 1 精密度

%

碳含量(质量分数)	重复性 r	再现性 R
1.00~4.00	0.05	0.15
>4.00~7.00	0.10	0.25
>7.00~15.00	0.20	0.35

10 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- a) 实验室名称和地址；
- b) 试验报告发布日期；
- c) 采用的标准编号；
- d) 样品识别必要的详细说明；
- e) 分析结果；
- f) 结果的测定次数；
- g) 测定过程中存在的任何异常特性以及标准中未规定而可能对试样或认证标样的分析结果产生影响的任何操作。

附录 A
(规范性附录)
试验样分析值接受程序流程图

图 A.1 为试样分析结果接受程序流程图。

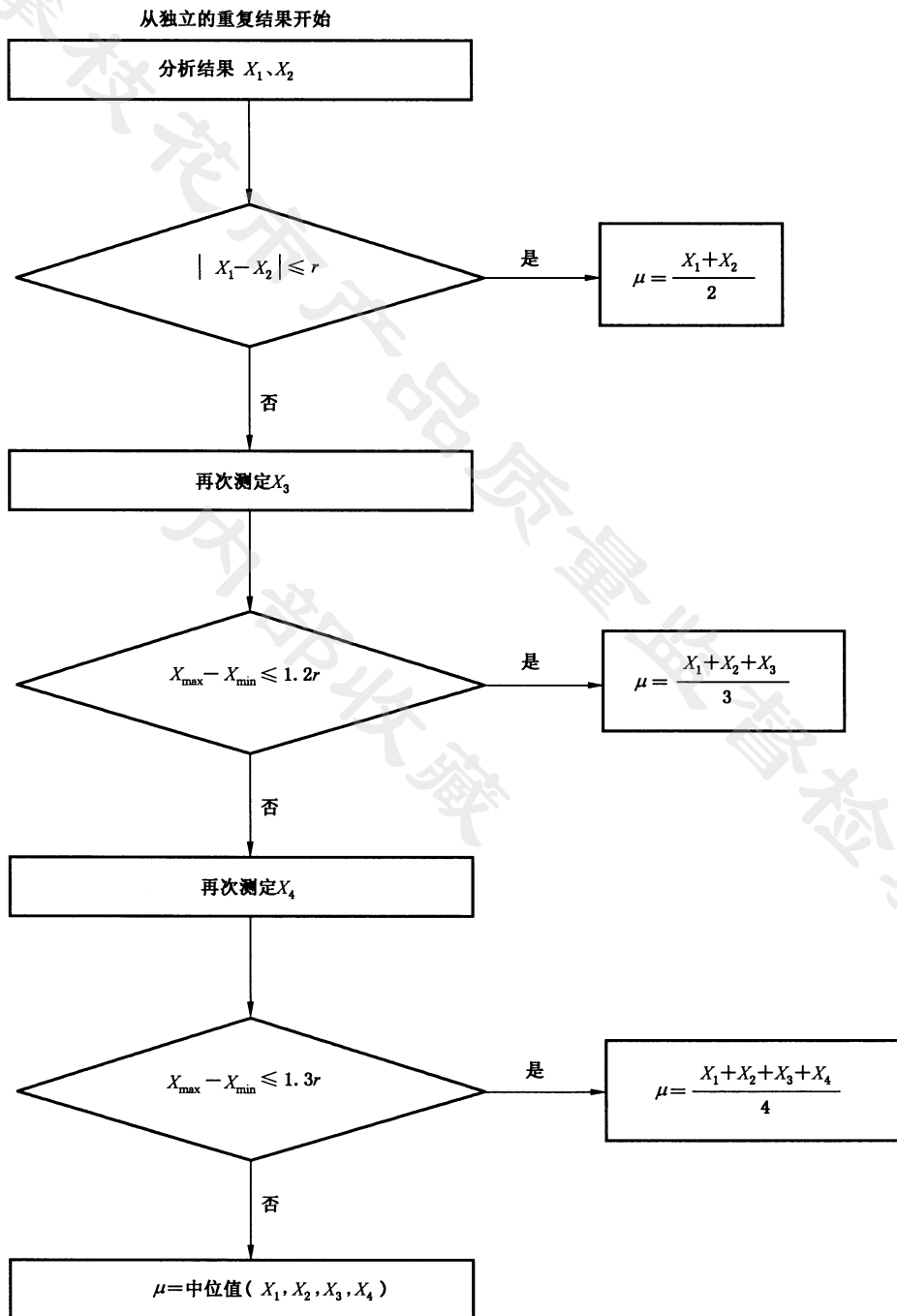


图 A.1 试验样分析值接受程序流程图

附 录 B
(资料性附录)
共同精密度试验原始数据

共同精密度试验原始数据见表 B.1。

表 B.1 精密度试验原始数据

样品	实验室测试碳含量(质量分数)/%							
	1	2	3	4	5	6	7	8
水平 1	2.024	2.093	2.104	2.041	2.022	2.301	2.059	2.088
	2.020	2.097	2.128	2.042	2.024	2.274	2.060	2.092
	2.028	2.090	2.110	2.043	2.023	2.281	2.066	2.092
水平 2	3.927	3.979	4.018	3.953	4.002	4.107	4.031	4.002
	3.952	4.000	4.029	3.939	4.003	4.074	4.041	4.005
	3.956	3.997	4.044	3.955	4.001	4.088	4.051	4.040
水平 3	6.292	6.207	6.220	6.208	6.266	6.302	6.364	6.266
	6.305	6.209	6.217	6.215	6.280	6.269	6.365	6.266
	6.351	6.193	6.251	6.216	6.274	6.284	6.383	6.277
水平 4	9.680	9.591	9.523	9.593	9.515	9.382	9.759	9.549
	9.644	9.590	9.515	9.563	9.504	9.459	9.783	9.531
	9.624	9.567	9.496	9.549	9.476	9.422	9.739	9.567
水平 5	12.358	12.352	12.291	12.421	12.503	12.597	12.680	12.457
	12.463	12.468	12.248	12.487	12.518	12.595	12.710	12.498
	12.512	12.534	12.268	12.512	12.521	12.578	12.770	12.528