

# DB51

## 四川省地方标准

DB51/T 2041—2015

---

### 钒铝合金 氢含量的测定 惰性气体熔融-热导法或红外吸收法

2015-09-25 发布

2016-01-01 实施

四川省质量技术监督局 发布



# 目 次

目次 .....	错误!未定义书签。
前 言 .....	错误!未定义书签。
1 范围 .....	1
2 规范性引用文件 .....	1
3 原理 .....	1
4 试剂和材料 .....	1
5 仪器 .....	1
6 试样 .....	1
7 分析步骤 .....	1
8 分析结果及其表示 .....	2
9 允许差 .....	2
附录 A (资料性附录) 仪器工作条件参数 .....	4

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准附录A为资料性附录。

本标准由四川省经济和信息化委员会提出并归口。

本标准由四川省质量技术监督局批准。

本标准起草单位：国家钒钛制品质量监督检验中心、攀钢集团有限公司。

本标准主要起草人：徐本平、钟华、成勇、罗云川、刘凤君、肖军、郑小敏、但娟、唐香林、张远琴、刘元清。

# 钒铝合金 氢含量的测定

## 惰性气体熔融-热导法或红外吸收法

### 1 范围

本标准规定了惰性气体熔融-热导法或红外吸收法测定氢含量。  
本标准适用于钒铝合金中氢含量的测定，测定范围（质量分数）：0.0005%~0.020 %。

### 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 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定  
GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法  
JJG 663 热导式氢分析器检定规程  
YS/T 579 钒铝中间合金

### 3 原理

试料加入锡助熔剂，置于石墨坩埚中，在惰性气流下加热熔化，氢以氢气形态释放并进入载气流中。氢气与释放出的其它气体（如一氧化碳等）分离后在热导池中检测；或氢气随载气流通过热的氧化铜后转化为水，在特定的红外池中检测。

### 4 试剂和材料

分析中除另有说明外，仅使用认可的优级纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的三级以上蒸馏水或纯度相当的水。

- 4.1 氩气、氮气或氦气，纯度不小于 99.99 %。
- 4.2 锡助熔剂，片状或粒状，氢含量不大于 0.0005%。
- 4.3 丙酮。
- 4.4 碱石棉，粒状。
- 4.5 高氯酸镁，无水，粒状。
- 4.6 石墨套坩埚，采用高纯或光谱纯石墨材质制成。
- 4.7 有证标准样品，钛基，使用前按照证书要求进行预处理。

### 5 仪器

分析中使用的氢分析仪应符合 JJG 663 的规定，其余使用常规的实验室仪器。

### 6 试样

## 6.1 取样

化学成分分析用试样按 YS/T 579 的要求取样。

## 6.2 制样

取2 mm~4 mm钒铝合金试样，经丙酮（4.3）清洗、风干，放入干燥器备用。

## 7 分析步骤

### 7.1 试料量

称取0.200 g~0.500 g试样，精确至0.1 mg。

### 7.2 测定次数

对同一试样，应独立测定不少于2次。

注：“独立”是指在同一实验室，由同一操作员使用相同的设备、按相同的测试方法，在短时间内对同一被测对象独立进行测试。

### 7.3 仪器准备和确认

将仪器接通电源，预热2小时，通气30分钟，检查并确保加热单元和测量单元的气密性。参照附录A设置仪器分析参数。通过试测几个样品来调整、稳定仪器。

### 7.4 空白试验

随同试料至少进行3次空白试验，取空白的平均值进行空白校准。

### 7.5 仪器校准

根据待测试样的含量，选择至少一个钛标准样品（4.7），按7.7的规定连续分析不少于两次，测定结果的波动应在允许差范围内，分析完后进行工作曲线校准。

### 7.6 验证试验

分析另一个钛标准样品（该样品未参与仪器校准），分析结果与标准值的差若不符合表1中列出的允许差，找出原因并消除，直到证明是在可能的误差之内，方可进行未知样品分析。分析过程中，须有间隔地插入钛标准样品（4.7），用于监控仪器漂移和验证最初的校准。

### 7.7 测定

将称取的试料（7.1）放入加料口，将0.75 g锡助熔剂（4.2）置于高纯石墨坩埚（4.6）中，并将该坩埚放置于坩埚座上，测量并读取结果。

## 8 分析结果及其表示

同一试样两次测定结果的差值如不大于允许差，取其算术平均值作为分析结果，否则进行第三次测定；如三次测定结果的极差值不大于1.2倍允许差，取三次测定结果的算术平均值作为分析结果，否则进行第四次测定；四次测定结果的极差值如不大于1.3倍允许差，取四次测定结果的算术平均值作为分析结果，否则应查明原因重新分析。

分析结果应按 GB/T 8170 的规定修约至与允许差小数相同位数。

## 9 允许差

同一样品的两个分析结果的差值应不大于表 1 所列允许差。

表1 允许差

质量分数：%

含量范围	允许差
0.0005~0.0010	0.0003
>0.0010~0.0030	0.0005
>0.0030~0.0100	0.0010
>0.0100~0.0200	0.0015

附 录 A  
(资料性附录)  
仪器工作条件参数

## A.1 仪器的工作条件参数

表A.1 TCH-600 脉冲加热-氧氮氢仪的工作条件参数

参数	基本量值
脱气周期	2 次
分析延迟	20 s
最小分析时间	60 s
积分延迟	10s
比较器水平	1.00
吹扫时间	15s
排气时间	15s
排气冷却时间	5s
排气功率	5500W
分析功率	4000W
试样准备时间	0s
试样准备功率	0W