



中华人民共和国国家标准

GB/T 223.82—2018
代替 GB/T 223.82—2007

钢铁 氢含量的测定 惰性气体熔融-热导或红外法

Steel and iron—Determination of hydrogen content—Thermal conductivity/
infrared method after fusion under inert gas

2018-05-14 发布

2019-02-01 实施



国家市场监督管理总局
中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

本部分为 GB/T 223 的第 82 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 223.82—2007《钢铁 氢含量的测定 惰气脉冲熔融热导法》，与 GB/T 223.82—2007 相比主要内容变化如下：

- 修改了标准名称；
- 修改了测定范围；
- 增加了红外法检测的内容；
- 取制样中增加了超声清洗、粉末状样品、屑状样品等内容；
- 校准中增加了单点校准和多点校准的内容；
- 增加了“7 分析步骤”，原“5.2 仪器准备”、“7 校准”和“8 测量”均放入第 7 章；
- 修改了“9 精密度”中重复性限和再现性限的公式。

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(SAC/TC 183)归口。

本部分起草单位：中国科学院金属研究所、钢铁研究总院、宝山钢铁股份有限公司、武汉钢铁股份有限公司、上海梅山钢铁股份有限公司、攀钢集团攀枝花钢铁研究院有限公司、鞍钢股份有限公司、宝钢特钢有限公司、首钢京唐钢铁联合有限责任公司、宝钢特钢韶关有限公司、钢研纳克检测技术有限公司。

本部分主要起草人：朱跃进、姜志民、李素娟、孙明月、罗倩华、王红静、郑明月、徐方虎。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 223.82—2007。

钢铁 氢含量的测定

惰性气体熔融-热导或红外法

1 范围

GB/T 223 的本部分规定了用惰性气体熔融-热导或红外法测定氢含量的方法。

本部分适用于钢铁中质量分数为 $0.6 \mu\text{g/g}$ ~ $30.0 \mu\text{g/g}$ 的氢含量的测定。

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 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

试料置于经脱气的石墨坩埚中,在惰性气氛下加热熔融。试料中的氢以分子的形式释放并进入载气流中,经色谱柱与其他气体分离后,在热导池中检测;或氢分子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。根据热导率或红外吸收强度信号变化,计算出氢含量。

4 试剂与材料

4.1 高纯载气,纯度为99.99%以上,可以是氩气、氮气或氦气,根据仪器制造商推荐而定。

4.2 动力气,氮气、氩气或压缩空气,油和水含量小于0.5%;禁用可燃气体。

4.3 四氯化碳、丙酮或乙醚,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 试剂或线性氧化铜:热导法用 Schutze 试剂,红外法用线性氧化铜。

4.7 石墨(电极)坩埚,一次性使用,由高纯石墨制成。

4.8 钢(铁)中氢标准物质/标准样品。

5 仪器

惰性气体熔融-热导或红外检测氢分析仪,包括脉冲石墨电极炉、分析气流杂质去除系统、辅助净化系统以及热导池或红外池氢测量系统。

6 取制样

6.1 一般要求

按照 GB/T 20066 的规定取样和制样。

6.2 炉前取制样

炉前取样应使用专用的取样装置。一种新的炉前取样方法或新取样装置使用前,应对其可靠性和有效性进行评估,并出具评估报告备案。炉前取得的样品若需较长时间保存(不超过 24 h),可在样品快速冷却后直接存放于干冰或液氮中,样品和容器一起运输或传递。短时间(不超过 1 h)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。

从低温储运容器中取出样品,去除表面的碎玻璃等杂物,切除头部不洁或多孔部分;在表面结霜化尽之前,将样棒直接投入无水乙醇中,数分钟后取出,放入四氯化碳、丙酮或乙醚中。待试样接近室温时取出并切成小段,再用四氯化碳、丙酮或乙醚清洗,晾干后尽快分析。

6.3 钢锭或型材上取制样

对于锻或铸工件,推荐使用锯、刨、线切割等方式取样,不推荐用水焊明火切割取样。

样品制备采用车、锉、磨均可,表面光洁度无严格要求。推荐使用车床车制,并使用超声波清洗,以清除粗糙表面微量油脂和污物。样品表面不能有厚氧化皮或线切割划痕。

截取合适尺寸的柱/条状样品,质量为 0.1 g~6 g 之间,通常为 0.5 g~1.0 g,浸在盛有四氯化碳、丙酮或乙醚容器中,放入功率为 50 W~100 W 超声波清洗器,超声清洗约 3 min 后取出,样品自然风干或冷风吹干后进入分析步骤。应注意观察容器中清洗剂的清洁度,定期更换。

充氢试样等已制备好的洁净样品,用四氯化碳、丙酮或乙醚清洗、风干或冷风吹干后,直接使用。

6.4 粉末状试样

粉末样品需要从大量的、混合均匀的粉体中取样。取样后,短时间可存放于洁净的塑料自封袋中,较长时间存放于真空包装袋、氩气包装袋、密封的玻璃瓶中,纸质袋透水透气不宜使用。

粉末样品无需制样也难于清洗,可直接用镍箔、锡箔或锡囊包裹。称重后应尽快分析,计算氢含量时需扣除镍箔、锡箔或锡囊的空白;粉末样品的制样与所用粉末标准物质/标准样品保持一致。

6.5 屑状试样

从型材或铸工件上取的屑状试样,由于加工时的氢转移,不能用做定氢试样。

6.6 其他试样

异型体就材取样,取样操作可用剪、锯、线切割等加工方式,应尽量避免过热和污染。丝材可直接取样。

7 分析步骤

7.1 仪器准备

7.1.1 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。

7.1.2 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。

7.1.3 配置仪器参数,预热稳定仪器。推荐以下分析条件:

- a) 脱气功率 3 000 W 或电流 850 A;
- b) 分析功率 2 500 W 或电流 700 A;
- c) 分析时间 90 s。

7.1.4 若长时间关机,开机后应预热 1 h 以上,通过空白测试确定仪器稳定且各项指标达到设定值。更换过滤器、净化试剂后仪器处于非作业状态,应通过 2 次~3 次空烧稳定仪器。

7.2 空白试验

运行分析测量程序前要进行空白试验。至少进行 3 个空白值测定,每次更换新坩埚。空白值扣除可选择自动或手动,运行自动空白扣除功能时,仪器显示的空白值应稳定,连续 3 次空白值相差 $<20\%$ 时,输入最后 3 次空白的平均值,进行自动扣除。手动扣除空白主要针对氢含量 $<1\text{ }\mu\text{g/g}$ 的样品,一对一扣除,即先做一个空白,再做一个单样。

7.3 校准(可采用任一种校准程序)

7.3.1 单点校准程序

7.3.1.1 选取两种钢(铁)中氢标准物质/标准样品(4.8),其氢含量高于或接近于待测试样的氢含量,且不超过本方法的检测范围。

7.3.1.2 按照仪器说明书的要求执行单标准点校准程序。对其中一种标准物质/标准样品(7.3.1.1)分析 3 次,取平均值,以单个氢含量点确定校准斜率,此校准曲线过原点。

7.3.1.3 用另一种标准物质/标准样品(7.3.1.1)作为试样进行分析操作,用以验证校准。分析结果处于该标准物质/标准样品标准值不确定度范围内,执行 7.3.1.5 程序。

7.3.1.4 如果分析结果超出标准物质/标准样品不确定度范围,找出原因并改正,重复 7.3.1.1~7.3.1.3 的操作过程。

7.3.1.5 按照仪器说明书的程序以方法形式保存此校准,并对此方法命名。

7.3.2 多点校准程序

7.3.2.1 至少选取 4 种钢(铁)中氢标准物质/标准样品(4.8),其氢含量不同,且均不超出本方法的检测范围。

7.3.2.2 按照仪器说明书的要求执行多标准点校准程序,至少分析 3 种标准物质/标准样品(7.3.2.1),每种标准物质/标准样品分析 3 次,分别取其平均值,以多个氢含量点确定校准曲线斜率和截距,此曲线不一定过原点。

7.3.2.3 用另一种中间含量的标准物质/标准样品(7.3.2.1)作为试样进行分析操作,分析结果用以验证校准。分析数据处于该标准物质/标准样品标准值不确定度范围内,执行 7.3.2.5 程序。

7.3.2.4 如果分析结果超出标准物质/样品不确定度范围,找出原因并改正,重复 7.3.2.1~7.3.2.3 的操作过程。

7.3.2.5 按照仪器说明书的程序以方法形式保存此校准,并对此方法命名。

7.3.3 校准的频次要求

仪器应每年至少校准一次,出现以下任何一种非正常情况时,应对仪器进行重新校准,以确保测量的可靠性和有效性:

- a) 仪器出现被污染症状,做任何样品均拖长尾;

b) 对分析结果有影响的突发故障;

c) 主要参数被更改。

在每次分析前和分析结束后应用钢(铁)中氢标准物质/标准样品(4.8)对校准进行确认(当没有上述标准物质/标准样品时,也可以用控制样品代替)。当测量结果超出标准值不确定度范围时,应查找原因,重新进行校准。

7.4 试样分析

7.4.1 选择合适的分析方法(7.3.1.5 或 7.3.2.5)。所用分析条件应与校准时所用分析条件一致,如测量样品为粉末样品,应用相应的标准物质/标样样品进行校准。

7.4.2 按照仪器说明书要求的程序输入样品信息。

7.4.3 称取试样 0.5 g~1.0 g,精确至 0.001 g(如有特殊要求,称取试样最多可至 5.0 g)。多数仪器通过天平 and 仪器的联机将称量质量自动载入,不具备此功能时,按仪器说明书的要求人工输入试样质量。

7.4.4 将试样(7.4.3)放入进样器中,在选定的分析条件下进行分析,分析结束后仪器自动显示分析结果。

8 结果计算

氢含量以质量分数($\mu\text{g/g}$)计。

9 精密度

本方法的精密度试验由 10 个协作单位 10 个实验室对氢元素的 6 个含量水平进行测定,每个实验室对每个含量水平在 GB/T 6379.1 规定的重复性条件下测定 2 次~3 次。各实验室报出的原始数据(测定值)参见附录 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 精密度

氢的质量分数/($\mu\text{g/g}$)	重复性限 r	再现性限 R
0.6~30.0	$\lg r = -0.408\ 3 + 0.250\ 0 \lg m$	$R = 0.493\ 3 + 0.202\ 3m$

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只差不大于再现性限(R),大于再现性限(R)的情况以不超过 5%为前提。

10 试验报告

试验报告应包括以下内容:

- 所有辨别样品、实验室及分析日期所需的内容;
- 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。

附 录 A
(资料性附录)
精密度试验原始数据

精密度试验原始数据见表 A.1。

表 A.1 精密度试验原始数据

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	水平-6
1	0.69	0.85	3.0	5.6	7.9	30.8
	0.58	0.80	2.7	5.6	8.1	31.2
	0.62	0.66	2.8	5.7	8.2	31.4
2	0.35	1.1	3.0	6.2	7.9	26.3
	0.16	1.0	3.0	6.4	8.0	25.5
	—	1.0	3.3	5.9	8.1	25.6
3	0.52	1.2	2.9	5.1	6.6	22.7
	0.47	1.3	2.6	4.7	6.5	22.5
	0.32	1.1	2.6	5.1	6.6	22.3
4	0.41	0.79	2.3	5.8	7.2	30.5
	0.38	0.66	2.4	5.8	7.2	30.2
	0.31	0.81	2.4	5.7	7.2	30.5
5	0.54	1.8	3.3	5.5	7.2	26.4
	0.50	1.9	3.2	5.3	7.4	26.1
	0.50	1.6	2.9	5.2	7.3	26.4
6	0.47	1.2	2.8	5.6	7.6	26.5
	0.67	1.0	3.0	5.7	7.3	25.5
	0.41	1.2	2.9	5.6	7.2	26.4
7	0.59	0.89	2.3	6.2	8.0	28.1
	0.61	0.94	2.6	6.4	7.6	28.5
	—	0.91	2.8	6.1	7.8	27.9
8	0.65	1.8	2.6	6.2	7.6	26.3
	0.71	1.2	3.0	5.7	7.7	25.9
	—	1.4	3.3	6.1	7.8	26.5
9	0.58	1.2	2.2	6.8	6.9	28.6
	0.56	1.3	2.0	6.1	7.0	28.0
	0.39	1.0	2.2	6.8	7.1	28.3

表 A.1 (续)

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	水平-6
10	0.49	1.8	3.1	5.8	7.4	23.8
	0.61	1.8	3.0	5.6	7.2	24.4
	0.87	1.8	3.0	5.6	7.4	24.5

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
钢 铁 氢 含 量 的 测 定
惰 性 气 体 熔 融 热 导 或 红 外 法
GB/T 223.82—2018

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238
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 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 14 千字
2018年5月第一版 2018年5月第一次印刷

*

书号: 155066·1-60360 定价 16.00 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



GB/T 223.82-2018