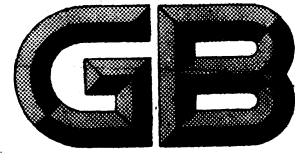


UDC 669 : 620.1
H 10



中华人民共和国国家标准

GB/T 14265—93

金属材料中氢、氧、氮、碳和硫 分析方法通则

General rule of chemical analysis for hydrogen,
oxygen, nitrogen, carbon and sulfur in metal's
materials

1993-03-12 发布

1993-12-01 实施

国家技术监督局 发布

中华人民共和国国家标准

金属材料中氢、氧、氮、碳和硫 分析方 法 通 则

GB/T 1 4265—93

General rule of chemical analysis for
hydrogen, oxygen, nitrogen, carbon and
sulfur in metal's materials

1 主题内容与适用范围

本标准规定了金属材料中氢、氧、氮、碳和硫各元素分析方法的术语,基本原理。对仪器设备,样品,测试条件等一般要求。

本标准适用于制(修)订金属材料中氢、氧、氮、碳和硫各元素分析方法的国家标准。其他标准亦应参照使用。

2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定
GB 2595 冶金分析化学实验室安全技术标准

3 术语

3.1 还原熔融 reduction(reducing)fusion

试料在石墨坩埚内高温熔融,其中氧被碳还原为一氧化碳,氢和氮以分子态析出。还原熔融包括真空熔融和惰气熔融。

3.2 真空熔融提取 vacuum fusion extraction

试料于真空系统内高温熔融,收集所析出气体的方法。

3.3 惰气熔融提取 inert gas fusion extraction

试料于惰气中高温熔融,析出的气体由载气载入分析系统的方法。

3.4 热抽取 hot extraction

试料于系统内加热,在熔点以下提取待测气体的方法。热抽取包括真空热抽取和惰气热抽取。

3.5 氢还原法 hydrogen reduction method

试料于氢气流中高温加热,待测元素被氢还原成气态物质的方法。

3.6 氧化熔融法 oxidation fusion method

试料在氧化剂存在下高温熔融,待测元素被氧化成气态物质的方法。

3.7 燃烧法 combustion method

试料于氧气流中高温熔融,碳、硫和氢分别被氧化成二氧化碳、二氧化硫和水汽,载入分析系统的方法。

3.8 脉冲熔融法 impulse fusion method

试料置于电极炉两极间的石墨坩埚内,加以交流低电压大电流,快速高温熔融的方法。脉冲熔融包

国家技术监督局 1993-03-12 批准

1993-12-01 实施

括真空脉冲熔融和惰气脉冲熔融。

3.9 助熔剂 flux

在高温下能降低试料的熔点,加速反应,使待测元素快速成气态析出的物质。亦称加速剂。

3.10 抑制剂 inhibitor

在高温下能抑制挥发,疏松熔体,加速反应,减少吸附,使待测气体定量析出的物质。

3.11 熔浴 bath

预先按比例加入一种或数种金属于坩埚内熔融造浴,此熔体称熔浴。

4 基本原理

4.1 气体提取原理

4.1.1 试料于石墨坩埚内,真空熔融或惰气熔融,氧被碳还原为一氧化碳,氢和氮形成分子态定量析出,以真空抽取或惰气载入分析系统。

4.1.2 试料在助熔剂和氧气流下(或氧化剂存在下),高温熔融,碳、硫、氢和氮分别形成二氧化碳、二氧化硫、水汽和氮氧化物定量析出,载入分析系统。

4.2 检测原理

4.2.1 定容测压法

提取的混合气体,经物理分离或氧化分步分离,以麦克劳真空计测量各组分分压。根据气态方程式计算待测元素含量。

4.2.2 气相色谱法

提取的混合气体,以载气载入色谱柱,根据不同气体在固定相表面的吸附和解吸作用的差异,达到相互分离。用检测器检测气体组分的信号量,计算待测元素含量。

4.2.3 红外线吸收法

提取的混合气体,以载气载入红外线检测器中,由于待测气体能吸收特定波长的红外光而引起光强变化。根据朗伯-比尔定律计算待测气体元素含量。

4.2.4 库仑法

提取的二氧化碳(一氧化碳氧化为二氧化碳)或二氧化硫,以载气载入已设定 pH 值的溶液吸收,溶液 pH 值随二氧化碳或二氧化硫吸收量变化。用电解恢复原定 pH 值,电解消耗的电量与吸收气体浓度成正比。根据法拉第电解定律计算待测元素含量。

4.2.5 电导法

提取的二氧化碳(一氧化碳氧化为二氧化碳)或二氧化硫,分别载入含有相应吸收液的电导池中吸收,引起吸收液电导率变化。根据电导率变化量与吸收的气体量成正比,计算待测元素含量。

4.3 化学法测定原理

4.3.1 化学法测定氮

试料用酸分解,氮化物转化为可溶性铵盐,在强碱溶液中加热蒸馏,以氨气析出,载入吸收液吸收,然后用滴定法或分光光度法测定,计算氮含量。

4.3.2 化学法测定碳

4.3.2.1 试料用酸分解,化合碳形成气态碳化物析出,游离碳(未化合碳)不与酸作用,经过滤分离,用燃烧法测定游离碳含量。

4.3.2.2 试料于高温氧气流中氧化熔融,碳以二氧化碳析出,载入碱性溶液或碱性非水溶液吸收,通过测量吸收前后气体体积变化量或消耗非水溶液量,求得总碳含量。

4.3.3 化学法测定硫

4.3.3.1 试料于高温氧化熔融,硫以二氧化硫析出,载入吸收液(如碘溶液等)吸收,用酸碱滴定法、分光光度法或电导法等测定,计算硫含量。