

DB51

四川省地方标准

DB51/T 2043—2015

钒铝合金 氧、氮含量的测定 惰性气体熔融-红外吸收法和热导法

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 I

前 言 II

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 2

7 分析步骤 2

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：杨新能、肖军、成勇、冯宗平、周开著、罗云川、钟华、徐本平、彭慧仙、但娟、唐香林。

钒铝合金 氧、氮含量的测定

惰性气体熔融-红外吸收法和热导法

1 范围

本标准规定了惰性气体熔融红外吸收法测定氧含量和热导法测定氮含量。

本标准适用于钒铝合金中氧和氮含量的测定，氧测定范围（质量分数）：0.001 %～1.000 %，氮测定范围（质量分数）：0.001 %～0.600%。

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

YS/T 579 钒铝中间合金

3 原理

试料置于氦气流的石墨坩埚中，在脉冲加热炉中高温熔融，氧生成一氧化碳、二氧化碳，氮生成氮气。产生的气体由载气载出，并通过热的稀土氧化铜，使其中的一氧化碳转化为二氧化碳，用红外检测器测量后被碱石棉吸收，氮气用热导检测器测量，在分别对二氧化碳和氮的测量信号进行积分后，计算出样品中氧和氮的含量。

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 氦气，纯度不小于 99.99 %。

4.2 镍囊， $\phi \times h$, 6 mm×10 mm。

使用前将镍囊放在 75 mL HAc, 25 mL HNO₃, 2 mL HCl 混合液中，在 50 ℃～60 ℃清洗 30 s～50 s，取出用清水冲洗干净后，用丙酮清洗，晾干即可。

4.3 镍篮， $\phi \times h$, 7 mm×12 mm。

使用前将镍篮放在 75 mL HAc, 25 mL HNO₃, 2 mL HCl 混合液中，在 50 ℃～60 ℃清洗 30 s～50 s，取出用清水冲洗干净后，用丙酮清洗，晾干即可。

4.4 丙酮。

4.5 高氯酸镁，无水，粒状。

4.6 碱石棉，粒状。

4.7 稀土氧化铜。

4.8 石墨坩埚，采用高纯或光谱纯石墨材质制成。

4.9 有证标准样品，铁基或钛基，使用前按照证书要求进行预处理。

5 仪器

惰性气体熔融—红外吸收/热导氧氮分析仪，包括一个电极炉、载气净化及分析气流转化系统、氧红外检测器和氮热导检测器、电脑及软件控制系统。

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

取大块样通过破碎机粗破至小于 20 mm×20 mm 的块样后，选取表面无氧化层块样 40 g~50 g，放入高锰合金钢料钵中粉碎 5 s，用 0.900 mm 和 0.180 mm 的样筛重叠过筛，取 0.900 mm~0.180 mm 的样品作为分析试样，置于干燥器中待测。

7 分析步骤

7.1 试料量

称取 0.05 g 试样，精确至 0.000 1 g。

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 h，通气 30 min，检查并确保加热单元和测量单元的气密性。参照附录 A 设置分析参数。再试测几个样品来调整、稳定仪器。

7.4 空白试验

随同试料做空白试验，并进行空白校准。

7.5 仪器校准

根据待测试样的含量，选择一个标准样品，按（7.7）连续分析标准样品不少于两次，分析完后进行工作曲线校准。

7.6 验证试验

分析标准样品（4.9），氧、氮分析结果若不符合表 1 中列出的允许差，找出并消除原因，直到证明是在误差之内，方可进行未知样品分析。分析过程中，须有间隔地插入标准样品，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）装入镍囊（4.2）内，封好开口，放入加料口，将石墨坩埚（4.8）放置于坩埚座上，按仪器说明书操作，然后读取结果。

注：使用钢标准样品时仅用镍囊做助熔剂，用钛合金标准样品时用镍囊+镍篮做助熔剂。

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：%

测量元素	含量范围	允许差
O	0.001~0.010	0.003
	>0.010~0.050	0.005
	>0.050~0.100	0.010
	>0.100~0.500	0.020
	>0.500~1.000	0.040
N	0.001~0.010	0.003
	>0.010~0.050	0.005
	>0.050~0.200	0.015
	>0.200~0.600	0.025

附 录 A
(资料性附录)
仪器工作条件参数

表 A.1 给出了仪器的工作条件参数

表 A. 1 TC-600 脉冲加热-氧氮仪的工作条件参数

参数	基本量值
脱气周期	2
分析延迟	15 s
最小分析时间	30 s
积分延迟	5s
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	5600 W
分析高功率	5000 W
试样准备时间	50s
试样准备功率	1800W