

中华人民共和国国家标准

锆及锆合金化学分析方法 真空加热气相色谱法测定氢量

GB/T 13747.21—92

Zirconium and zirconium alloys
—Determination of hydrogen content—
Vacuum heating chromatographic method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了锆及锆合金中氢含量的测定方法。

本标准适用于锆及锆合金中氢含量的测定。测定范围:0.001 0%~0.030%。

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 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

3 方法原理

在高真空高温下,试料中的氢由扩散泵提取,收集于一定容积中,通过氦气载入色谱仪后经分离、检测,由电子电位差计记录色谱峰,根据峰面积计算其氢量。

4 试剂与材料

4.1 氦气(99.99%)。

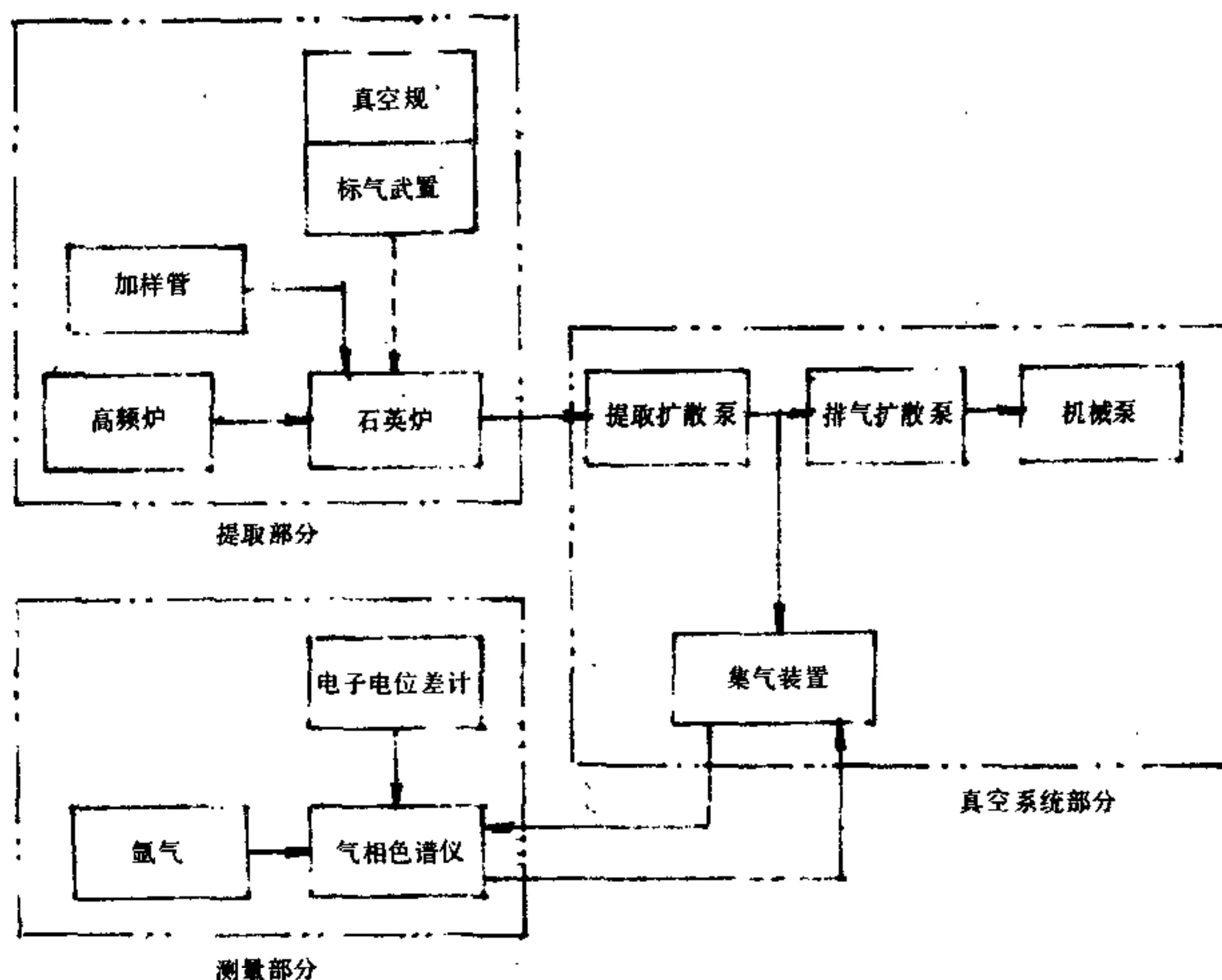
4.2 氢气(99.99%)。

4.3 石墨坩埚。

4.4 石墨粉,光谱纯。

5 仪器设备

真空加热气相色谱法定氢装置见图。



真空加热气相色谱定氢装置框图

6 分析步骤

6.1 试样处理

将块状试样用专用锉刀慢慢锉其表面,用四氯化碳仔细清洗,吹干。

6.2 试料

称取 0.03~0.1g 试样(6.1),精确至 0.000 1g。

6.3 空白试验

6.3.1 测定准备结束后,测定仪器空白应 < 0.2 μg。

6.3.2 随同试料(6.2)做空白试验,取 3 次测定的平均值为空白值。

6.4 测定

6.4.1 测定准备:将试料(6.2)装入加样管中,封闭真空系统。启动真空系统各部分,当真空度达到 0.013Pa 以下时,启动高频感应炉,在 1 500℃ 下,将坩埚脱气 20min 后升温至 2 000℃ 脱气 60min。调节氩气流速为 60mL/min,开启色谱仪、电子电位差计。将炉温降至 1 450℃,测定仪器空白。

6.4.2 仪器校正

6.4.2.1 计算系数的测定:将氢气(4.2)充入有指示压力的集气袋,并记下室温、大气压强。通过标气装置取定量体积的氢气导入真空系统,由提取泵收集于气体收集器中、然后导入色谱仪系统中进行测定。根据定量氢气所显示的色谱峰面积按公式(1)计算计算系数。

$$K_H = \frac{V \cdot T_0 \cdot P \cdot D}{T \cdot P_0 \cdot S} \dots\dots\dots (1)$$

式中: K_H ——计算系数, g/mm²;

GB/T 13747.21-92

- V——导入纯氢的体积, mL;
- T_0 ——标准温度, K;
- P——导入纯氢的压力, Pa;
- D——标准状态下氢的密度(9×10^{-5}), g/mL;
- T——室内温度, K;
- P_0 ——标准大气压, Pa;
- S——峰面积, mm^2 。

6.4.2.2 校正试验:采用相应含氢量的标样对整个分析过程进行校正,标样的分析值与其标准值之差的绝对值应不大于相应标准允许值。

6.4.3 试料(6.2)置于石墨坩埚中,加热提取 5min,用氩气将被测定氢气带入色谱仪,由记录的峰面积计算氢量。

7 分析结果的计算与表述

按公式(2)计算氢的百分含量:

$$H(\%) = \frac{K_H(S - S_0)}{m} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

- 式中: K_H ——计算系数, g/ mm^2 ;
- S——测定试料时的色谱峰面积, mm^2 ;
- S_0 ——测定空白时的色谱峰面积, mm^2 ;
- m——试料的质量, g。

8 允许差

实验室间分析结果的差值应不大于下表所列允许差。

氢 含 量	允 许 差	%
0.001 0~0.003 0	0.000 5	
>0.003 0~0.005 0	0.001 0	
>0.00 5~0.010	0.002	
>0.010~0.030	0.003	

附加说明:

- 本标准由中国有色金属工业总公司提出。
- 本标准由西北有色金属研究院负责起草。
- 本标准由西北有色金属研究院起草。
- 本标准主要起草人于广聪。