



中华人民共和国国家标准

GB/T 24583.2—2009

钒氮合金 氮含量的测定 惰性气体熔融热导法

Vanadium—Nitrogen alloy—Determination of nitrogen content—
Thermal conductimetric method after fusion in a current of inert gas

2009-10-30 发布

2010-05-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
钒氮合金 氮含量的测定
惰性气体熔融热导法
GB/T 24583.2—2009

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

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 0.5 字数 8 千字
2009年12月第一版 2009年12月第一次印刷

*

书号: 155066·1-39399

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)68533533

前 言

GB/T 24583 的本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由全国生铁及铁合金标准化技术委员会归口。

本部分主要起草单位：攀枝花钢铁(集团)公司、攀枝花出入境检验检疫局、冶金工业信息标准研究院。

本部分主要起草人：徐本平、何清志、唐建伟、钟华、黄启波、陈自斌、李叙生。

钒氮合金 氮含量的测定

惰性气体熔融热导法

警告:使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

GB/T 24583 的本部分规定了惰性气体熔融热导法测定氮含量。

本部分适用于钒氮合金中氮含量的测定。测定范围(质量分数):5.00%~20.00%。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 24583 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 4010 铁合金化学分析用试样的采取和制备

GB/T 8170 数字修约规则与极限数值的表示和判定

3 原理

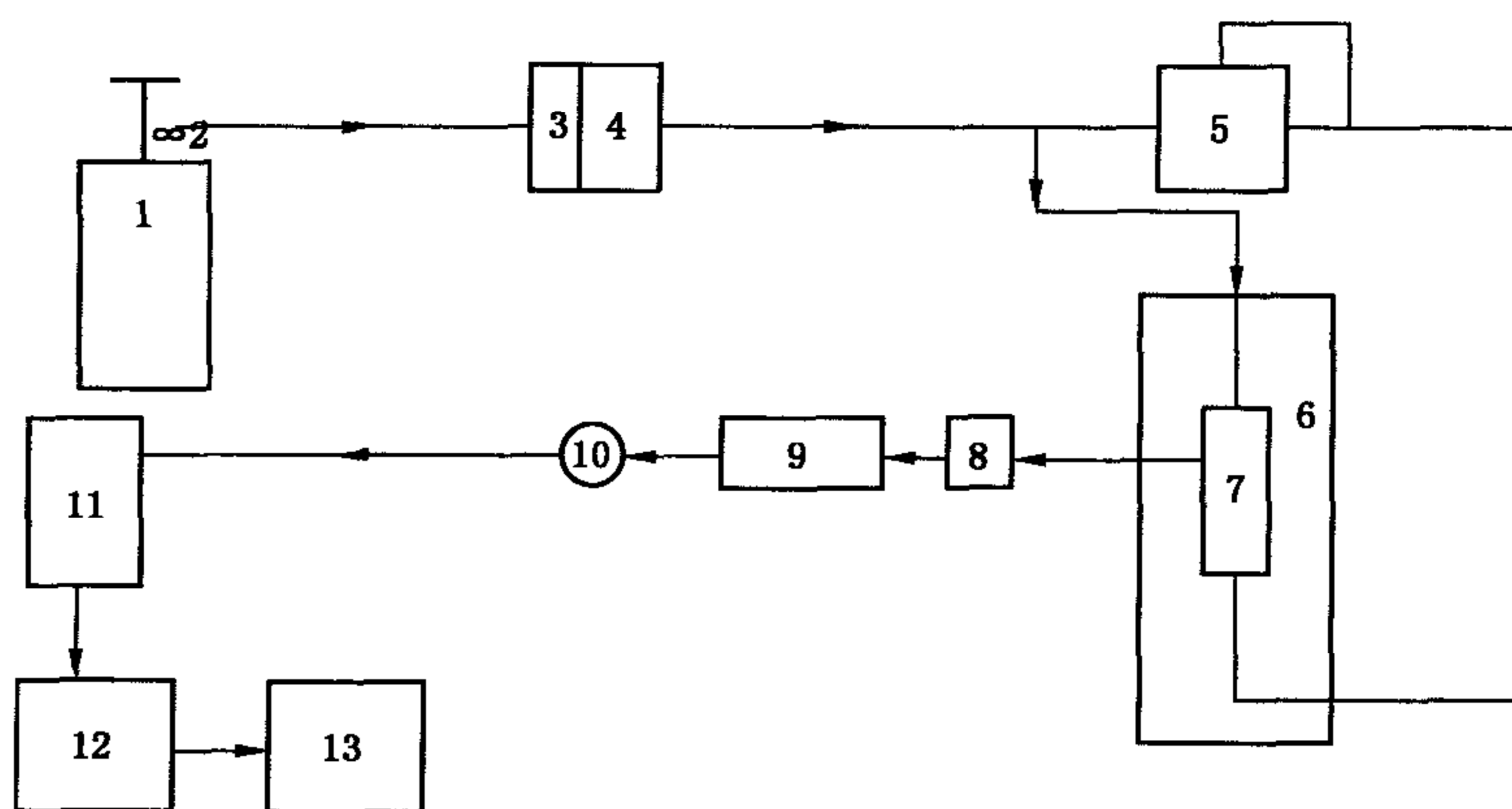
试料于电极炉的石墨坩埚中加热熔化,试料中的氮被还原为氮气并由氮气流载至热导池检测器中,根据热导池检测器电流的变化测得氮的含量。

4 试剂和材料

- 4.1 高氯酸镁,无水、粒状。
- 4.2 碱石棉,粒状。
- 4.3 玻璃棉。
- 4.4 镍篮,7 mm×12 mm。
- 4.5 锡囊,5 mm×11 mm 或 5 mm×17 mm。
- 4.6 稀土氧化铜。
- 4.7 氮气,纯度大于 99.99%。
- 4.8 动力气源,氮气或压缩空气,其杂质(水和油)含量小于 0.5%。
- 4.9 高温石墨坩埚,10 mm×20 mm。

5 仪器及设备

5.1 定氮仪,空白小于 0.000 05%;显示灵敏度为 0.000 1%;精密度为 0.000 2%;脉冲加热炉功率不小于 6.6 kW(炉温不低于 2 500 °C)。其装置连接图如图 1。



- 1——氮气瓶；
- 2——两级压力调节器；
- 3——洗气瓶；
- 4、9——干燥管；
- 5——压力调节器；
- 6——电极炉；
- 7——高温石墨坩埚；
- 8——除尘器；
- 10——流量控制器；
- 11——一氧化碳转化器；
- 12——二氧化碳、水份吸收器；
- 13——热导池检测器。

图 1 定氮仪装置连接图

5.1.1 洗气瓶,内装碱石棉(4.2)。

5.1.2 干燥管,内装高氯酸镁(4.1)。

5.1.3 一氧化碳转化器,内装稀土氧化铜(4.6)。

5.2 气源

5.2.1 载气系统包括氮气容器、两级压力调节器及保证提供合适压力和额定流量的时序控制部分。

5.2.2 动力气源包括动力气(氮气或压缩空气)、两级压力调节器及保证提供合适压力和额定流量的时序控制部分。

5.3 高温电极炉

应满足试料熔融温度的要求。

5.4 控制系统

控制功能包括装卸坩埚和炉台升降、吸尘器清扫、分析条件选择设置、分析过程的监控和报警中断、分析数据的采集、计算、校正及处理等。

5.5 测量系统

主要由微处理机控制的电子天平(感量 0.01 mg)、红外线分析器及电子测量元件组成。

6 试样

按照 GB/T 4010 的规定采取和制备,试样粒度应小于 0.125 mm。

7 分析步骤

7.1 试料

称取试样 0.05 g,精确至 0.000 1 g。

7.2 测定次数

对同一试样,应至少独立测定 2 次。

7.3 分析准备

7.3.1 按仪器使用说明书调试检查仪器,使仪器处于正常稳定状态并进行气漏检查,一切正常后方可进行下一步操作。

7.3.2 选择设置最佳分析条件。

7.3.3 应用试样及助熔剂按 7.6 做两次试测,以确定仪器是否正常。

7.4 空白试验

将锡囊(4.5)小心挤压并折叠,装入镍篮(4.4),置于高温石墨坩埚(4.9)中。选择合适的参数及分析程序,按仪器说明书操作。重复测定 3 次,氮空白值应低于 $2 \mu\text{g}$ 。计算平均值,参考仪器说明书,将平均值作为空白输入到定氮仪中,则仪器在测定试样时会自动进行空白值的电子补偿。

7.5 校正试验

根据待测试样的含氮量,建立相应的分析曲线,并选择至少二个标准样品(标准样品含氮量范围应覆盖待测样品含氮量),依次进行校正和检查。测定结果的波动应在允许差范围内,以确认系统的线性,否则应按仪器说明书调节系统的线性。

7.6 测定

将试样(7.1)装入锡囊(4.5),小心挤压并折叠,然后装入镍篮(4.4),置于高温石墨坩埚(4.9)中。按仪器说明书操作,测定并读取结果。

8 分析结果的表示

同一试样 2 次测定结果的差值如不大于允许差,则取其算术平均值作为分析结果,否则进行第 3 次测定。3 次测定结果的极差如不大于 1.2 倍允许差,则取 3 次测定结果的算术平均值作为分析结果,否则进行第 4 次测定。4 次测定结果的极差如不大于 1.3 倍允许差,则取 4 次测定结果的算术平均值作为分析结果;4 次测定结果的极差如大于 1.3 倍允许差,则取 4 次测定结果的中值作为分析结果。

分析结果以质量分数表示,按 GB/T 8170 的规定修约至与允许差小数相同位数。

9 允许差

同一试样的 2 次测定结果的差值应不大于表 1 所列的允许差。

表 1 允许差

%

氮含量(质量分数)	允许差
5.00~10.00	0.25
>10.00~15.00	0.35
>15.00~20.00	0.45

10 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- a) 鉴别试样、实验室和分析日期的资料;
- b) 遵守本部分规定的程度;

GB/T 24583.2—2009

- c) 分析结果及其表示；
 - d) 测定中观察到的异常现象；
 - e) 对分析结果可能有影响而本部分未包括的操作或者任选的操作。
-



GB/T 24583.2-2009

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-39399