

中华人民共和国国家标准

电真空用钨粉化学分析方法 燃烧重量法测定氢量

UDC 669.296 - 492
.2:543.21:546
.11
GB 3256.8-83

Methods for chemical analysis of
zirconium powder for electro-vacuum uses
The combustion gravimetric method for
the determination of hydrogen content

本标准适用于电真空用钨粉中氢量的测定。测定范围：0.20~2.00%。

本标准遵守GB 1467-78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

1 方法提要

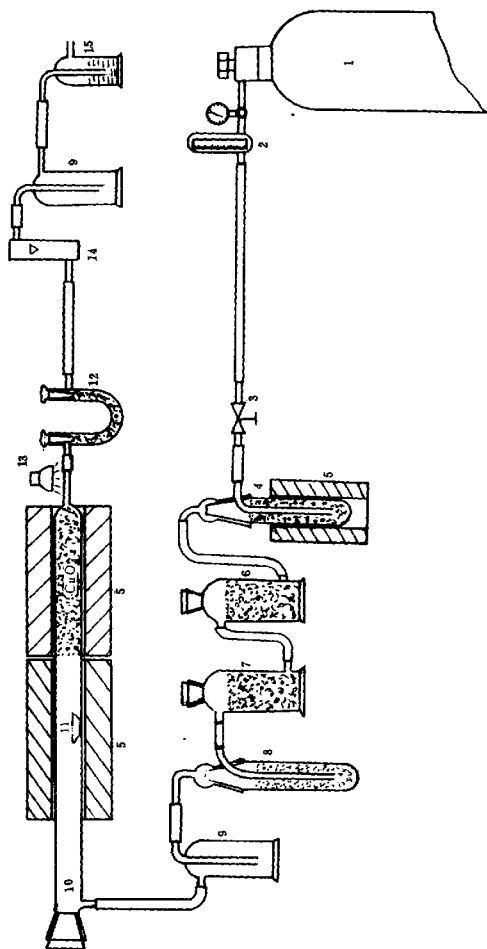
试样在氧气流中于500℃燃烧，其中部分氢生成水，部分氢以气态形式释放并经氧化铜氧化生成水后一并被五氧化二磷（或无水高氯酸镁）吸收。称量生成水的质量并换算为氢量。

2 试剂与材料

- 2.1 氧气（工业用）。
- 2.2 氧化铜（线状）。
- 2.3 氢氧化钾。
- 2.4 钨酸银。
- 2.5 五氧化二磷（或高氯酸镁）。
- 2.6 硫酸（比重1.84）。
- 2.7 苯。
- 2.8 真空硅脂。
- 2.9 玻璃棉。
- 2.10 脱脂棉（医用）。

3 仪器

- 3.1 燃烧重量法测氢装置（见下图）。



燃烧重量法测氧装置

- 1—氧气瓶；2—氧气吸收瓶；3—气流调节阀；4—石英转化管（ $\phi 18 \times 250$ mm）内装线状氧化铜约80克；
 5—管式电阻炉；6—吸氧瓶，内装氢氧化钠；7—吸氧瓶，内装浓硫酸；8—干燥管（底部铺20 mm
 玻璃珠中间装入五氧化二磷）布设一层玻璃棉；9—缓冲瓶；10—右旋反应管（ $\phi 18 \times 750$ mm），管之后半部
 装入线状氧化铜（约120克），两端用玻璃丝塞紧，管之出口与炉口相距不大于60 mm；11—石英管；12—吸
 氧管（有效容积 $\phi 10 \times 120$ ）内装五氧化二磷，上部盖玻璃棉通气流塞处用硅脂密封；13—250 W红外灯与
 管距离20~30 mm；14—流量计；15—液面密封瓶

3.2 干燥器：以五氧化二磷做干燥剂。

3.3 石英舟：长70~80mm，首次使用需先在800℃灼烧1h以上，贮于干燥器内，石英舟可反复使用。

3.4 吸收管：称量前后均贮于干燥器内，拿取时应戴细纱手套。

4 试样

分析前应将试样在90~100℃烘1h，置于干燥器中冷却至室温。

5 分析步骤

5.1 分析前准备工作

5.1.1 检查测氢装置，确认不漏气后再使用。

5.1.2 将管式电阻炉升温至500℃。

5.1.3 用红外灯辐照反应管末端至吸收管区间。

5.2 试样量

称取1.0000g试样（氢含量大于0.70%时称取0.5000g试样）。

5.3 空白试验

5.3.1 按5.4.2~5.4.3款，以空石英舟测至空白值氢量小于0.0002g为止。以后每测完两个试样需测定一次空白。

5.4 测定

5.4.1 将试样（5.2）置于石英舟中并放入干燥器内待测定。

5.4.2 旋开测氢装置中已知质量的吸收管（图中12）的通气活塞，取下反应管（图中10）的胶塞，迅速将盛有试样的石英舟（进行空白试验时为空石英舟）用不锈钢钩推入管式炉高温区，立即塞紧反应管的胶塞。

5.4.3 以50ml/min流速通氧30min，迅速关闭吸收管通气活塞，取下吸收管置于干燥器中，冷却至室温后称量（称量吸收管前，迅速开、闭吸收管通气活塞再称量）。

5.4.4 取出石英舟。在测氢装置中换上另一未吸水而且已知质量的吸收管，准备进行另一次测定。

6 分析结果的计算

按下式计算氢的百分含量：

$$H(\%) = \frac{(m_1 - m_0) \times 0.1119}{m} \times 100$$

式中： m_1 ——分析试样时吸收管增加的质量，g；

m_0 ——空白试验时吸收管增加的质量，g；

m ——试样量，g；

0.1119——水换算为氢的换算因数。

分析结果表示到小数点后二位。

7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于下表所列允许差。

氢 量	允 许 差
0.20~0.40	0.02
0.40~0.70	0.03
0.70~1.00	0.05
1.00~2.00	0.06

附加说明:

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由锦州铁合金厂负责起草。

本标准由锦州铁合金厂起草。

本标准主要起草人寇宝祥。