



# 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。

4.3.3.2 试料在强氧化剂存在下用强酸溶解,硫形成  $\text{SO}_4^{2-}$ ,试液经活性氧化铝色层柱分离, $\text{SO}_4^{2-}$  滞留在柱内,用氨水洗脱,以硫酸钡质量法测定,计算硫含量。

4.3.3.3 试料在强氧化剂存在下用强酸溶解,硫形成  $\text{SO}_4^{2-}$ ,还原蒸馏,析出硫化氢气体,载入吸收溶液,以碘量法、分光光度法、极谱法或电位滴定法测定硫含量。

#### 4.4 氢还原法原理

试料在氢气流中加热,其中氧和硫与氢反应,生成水汽和硫化氢,水汽由质量法或仪器法测定,计算氧含量。硫化氢载入溶液吸收,用 4.3.3.3 条的测定方法测定,计算硫含量。

### 5 仪器、设备与装置

5.1 仪器装置应遵守 GB 1.4 中 6.5 条规定,特殊仪器装置或部件应说明性能、影响测量精度的重要因素及操作要求和安全措施。

5.2 仪器主要由热源、提取、分离、测量等组件组成,其分析系统可以方框图表示。非标准的部件,应以加工图表示,并标明规格和材料要求。

#### 5.2.1 热源

热源是产生高温的组件,应具有较稳定的温度区间,波动范围应符合说明书和分析方法要求。常用的热源设备有高频发生器、电阻炉和电极炉。这些组件要求电源电压具有良好稳定性,必要时可用电子稳压器控制。

#### 5.2.2 提取装置

5.2.2.1 真空熔融提取装置的真空度应稳定于仪器要求范围内。提取泵的抽气速率不低于 18L/s,前级真空泵要求抽气速率不低于 60L/min。各部件连接处,采用高真空硅脂密封。

5.2.2.2 载送待测气体的惰气需净化处理。净化剂由干燥剂、氧化剂和吸附剂等组成。负压载送的装置,抽气泵需保持稳定抽速。

5.2.2.3 提取氢、氧、氮元素分析用的石墨坩埚、石墨漏斗及石墨粉(粒度  $\phi 0.124 \sim 0.104\text{mm}$ )应采用光谱纯或高纯石墨材料加工。

#### 5.2.3 分离装置

分离装置一般有过滤器,氧化器和冷凝器以及色谱分离柱。各器件应能高效分离待测组分。

#### 5.2.4 测量装置

5.2.4.1 常用的检测器有热导池检测器(TCD)、氢火焰离子化检测器(HFID)和红外线吸收检测器等。检测器检测的灵敏度和稳定性,应符合说明书和有关分析方法要求。电子线路组件应有较宽的线性区间和增益调节。

记录器要求具有良好的稳定性,在 1h 内漂移不大于全量程的 1%。显示器要求显示稳定并具有与分析要求相适应的显示位数。打印机要有与信号同步打印功能。

5.2.4.2 定容测压法的检测器是麦克劳真空计(简称麦氏计)。测量范围应满足分析要求,测量容积不小于 300mL。

5.2.4.3 电导测量装置是由电导池、铂电极对和电子线路组成。该装置应具有良好稳定性,电导池应置于恒温槽内,温差变化  $\pm 1^\circ\text{C}$ 。必须选用镀铂黑的铂电极,铂电极间距离不可随意更改。电源工作频率应按说明书规定范围调节。

5.2.4.4 库仑测量装置由电解池、玻璃电极、参比电极、铂电解电极对和电子线路等组成。其技术条件应符合说明书规定。

#### 5.3 仪器、设备安装场地

5.3.1 高频设备应安装在离墙壁大于 1m 的工作台上。并单独埋设地线,应有屏蔽措施。提取装置和测量装置应分别供电。

5.3.2 测量仪器要求安装在震动小的工作台上,周围不应有强电磁场。

## 6 样品

6.1 样品应遵守 GB 1.4 中 6.6 条的规定。

6.2 根据实验室样品性质,应制定出试样加工方法和防止氧化、氢损及沾污等措施。按分析要求加工成合适形状和大小。氢、氧及氮元素仪器分析试样一般为块状,碳、硫元素分析试样及氮元素化学法分析试样一般为均匀碎屑状或粉状。

6.3 按 6.2 加工的试样,根据试样性质,分析要求及含量范围进行试剂清洗或化学表面腐蚀处理,冲洗干净,吹干。对低含量试样,一定要进行表面处理。对于氢、氧、氮各元素仪器分析的粉状试样,用铂箔、镍箔或锡箔包裹。

6.4 经处理的试样,贮存在磨口玻璃瓶内,并放在避光和低温干燥处。试样若长时间保存,则容器内应充干燥惰气或抽真空密封。

## 7 测试条件的确定

### 7.1 测试前的准备

#### 7.1.1 仪器的准备

仪器的操作参数调节,应遵守仪器说明书有关规定和有关分析方法要求。

7.1.1.1 高频发生器接通电源,预热时间不少于 15min。电阻炉接通电源后,逐步升温至工作温度,并以温控器控制。

7.1.1.2 还原熔融炉应洁净,装好石墨坩埚并密封连接各部件。真空还原熔融,建立分析所要求的系统真空。惰气还原熔融,通入稳定流速的净化惰气,提取装置处于正常运转状态后,启动加热器,使石墨坩埚脱气,并测定空白检查脱气效率。

7.1.1.3 测量装置包括检测器、记录器、显示器和打印机等。应按说明书和有关分析方法所推荐的参数范围,调节操作参数到相适应区间。线性范围、灵敏度和稳定性达到最佳状态。

#### 7.1.2 仪器校准

7.1.2.1 选用适当标准物质,按操作程序作多点试验,确定线性范围和校准系数,以测定值对标准值绘制工作曲线。化学法采用配制标准系列溶液,绘制工作曲线,确定线性范围。

7.1.2.2 单点校准选用与试样中待测元素含量相近的同类标准物质,按仪器规定校准程序进行单点校准,平行测定若干数据( $\geq 3$ 个),测定结果应在该标准物质的不确定度范围内,取平均值,求出校准系数。

#### 7.1.3 仪器性能判断

仪器经调整和校准为最佳状态后,用标准物质,按仪器说明书规定指标检查线性范围、灵敏度和检测限。

#### 7.1.4 空白试验

化学法的空白试验应按 GB 1.4 中 6.7.3 条的规定进行。仪器分析的空白试验,应根据分析程序进行,直至空白稳定,其平均值应不大于检测限的 1/2。

### 7.2 测试条件的确定

7.2.1 凡制(修)订标准分析方法时,必须进行条件试验,选出最佳条件,并通过不同实验室或不同方法验证。

7.2.2 在仪器处于稳定状态下,按操作规程,采用同类材料的标准物质进行回收试验,回收率一般应达到 100% $\pm$ 5%范围,若是痕量分析,应进行比对试验。

7.2.3 在标准分析方法中应对特殊的试验条件和试剂处理加以说明。

### 7.3 分析步骤

分析步骤应遵守 GB 1.4 中 6.7 条规定。

## 8 精密度或允许差

凡制(修)订标准分析方法时,应确定方法的精密度或允许差。

## 9 安全注意事项

操作人员应遵守 GB 2595 的规定,严格按说明书有关安全规定和操作规程操作。特别要注意高频发生器、高温炉、强光设备和高真空仪器的安全操作。对尾气、有毒气体及有害物质应有防护措施。

---

### 附加说明:

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由北京有色金属研究总院负责起草。

本标准由北京有色金属研究总院起草。

本标准主要起草人钟其云、孙羽。

(京)新登字 023 号

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 14265—93

\*

中 国 标 准 出 版 社 出 版  
(北 京 复 外 三 里 河)

中 国 标 准 出 版 社 秦 皇 岛 印 刷 厂 印 刷  
新 华 书 店 北 京 发 行 所 发 行 各 地 新 华 书 店 经 售  
版 权 专 有 不 得 翻 印

\*

开 本 880×1230 1/16 印 张 1/2 字 数 9 千 字  
1993 年 9 月 第 一 版 1993 年 9 月 第 一 次 印 刷  
印 数 1—3 000

\*

书 号：155066·1-10003 定 价 0.90 元

\*

标 目 225—57