

中华人民共和国国家标准

GB/T 4325.25—2013

钼化学分析方法 第 25 部分：氢量的测定 惰气熔融红外吸收法/热导法

Methods for chemical analysis of molybdenum—
Part 25: Determination of hydrogen content—
Inert gas fusion infrared absorption method/thermal
conductivity method

2013-05-09 发布

2014-02-01 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

前 言

GB/T 4325《钼化学分析方法》分为 26 部分：

- 第 1 部分：铅量的测定 石墨炉原子吸收光谱法；
- 第 2 部分：镉量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 3 部分：铋量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 4 部分：锡量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 5 部分：锑量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 6 部分：砷量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 7 部分：铁量的测定 邻二氮杂菲分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 8 部分：钴量的测定 钴试剂分光光度法和火焰原子吸收光谱法；
- 第 9 部分：镍量的测定 丁二酮肟分光光度法和火焰原子吸收光谱法；
- 第 10 部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 11 部分：铝量的测定 铬天青 S 分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 12 部分：硅量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 13 部分：钙量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 14 部分：镁量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 15 部分：钠量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 16 部分：钾量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 17 部分：钛量的测定 二安替比林甲烷分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 18 部分：钒量的测定 钼试剂分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 19 部分：铬量的测定 二苯基碳酰二肼分光光度法；
- 第 20 部分：锰量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 21 部分：碳量和硫量的测定 高频燃烧红外吸收法；
- 第 22 部分：磷量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 23 部分：氧量和氮量的测定 惰气熔融红外吸收法-热导法；
- 第 24 部分：钨量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 25 部分：氢量的测定 惰气熔融红外吸收法/热导法；
- 第 26 部分：铝、镁、钙、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、砷、镉、锡、锑、钨、铅和铋量的测定 电感耦合等离子体质谱法。

本部分为 GB/T 4325 的第 25 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分起草单位：金堆城钼业股份有限公司、西部材料股份有限公司、西北有色金属研究院。

本部分主要起草人：谢明明、王锋、任忆琪、杨红忠、王郭亮、赵飞、王辉。

钼化学分析方法

第 25 部分:氢量的测定

惰气熔融红外吸收法/热导法

1 范围

GB/T 4325 的本部分规定了钼中氢量的测定方法。

本部分适用于钼粉、钼条、钼制品中氢量的测定。测定范围:0.001 0%~0.025 0%。

2 方法提要

将试料与助溶剂加入石墨坩埚,在惰性气体(氦气)保护下熔融,试料中的氢以氢气形式析出,氢气被氧化为水,用红外检测池或热导池检测氢含量,计算系统根据试料质量计算氢含量,结果以百分含量表示。

3 试剂与材料

- 3.1 丙酮,分析纯。
- 3.2 石墨坩埚。
- 3.3 镍囊($w_{\text{H}} \leq 0.000\ 05\%$)。
- 3.4 氦气,体积分数不小于 99.995%。
- 3.5 标准物质/标准样品:与待测试料氢含量相近的同类物质。

4 仪器

- 4.1 惰性气体熔融-热导/红外检测氢分析仪。
- 4.2 分析天平,分度值 0.1 mg。

5 试样

- 5.1 试样应密封保存。
- 5.2 粉末状直接取样,质量约 0.5 g。
- 5.3 钼制品等钼产品,从样品心部取样,用丙酮(3.1)洗净,晾干,质量约 0.5 g。
- 5.4 样品在操作过程中不能被污染,用专用的镊子夹取。

6 分析步骤

6.1 仪器预热

仪器分析前要充分预热,使仪器的各项指标达到设定值。

6.2 仪器检漏

利用仪器检漏程序或其他辅助设备确定仪器无漏气现象。

6.3 仪器校准

选用有证标准物质/标准样品(3.5),平行测试 3~5 次,计算氢的平均值,平均值与标准值相符,不超出标准物质/标准样品证书给定的不确定度范围,否则需要进行系统校准。

6.4 空白分析

空白值包括坩埚和助熔剂的空白。将助熔剂放入坩埚中,平行测定 3~5 次,每次更换新坩埚,取平均值,然后进行空白补偿。空白值极差不大于 0.000 2%。

6.5 试样分析

6.5.1 试料

称取试样 0.5 g,精确至 0.001 g。仪器自动输入实际称样质量,再将样品放入镍囊(3.3)后压扁以赶走空气,并折叠数次加以封口。

6.5.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

6.5.3 测定

选择优化的分析条件,将装有试样的镍囊放入加样器,并将空石墨坩埚放置在下电极上,进行样品分析,仪器根据称样量自动计算氢含量。

7 精密度

7.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)的情况不超过 5%。重复性限(r)按表 1 数据采用线性内插法求得。

表 1

氢的质量分数/%	0.001 0	0.005 0	0.025 0
重复性限/%	0.000 9	0.001 5	0.004 5

7.2 允许差

实验室之间分析结果的差值不应大于表 2 所列允许差。

表 2

氢的质量分数/%	允许差/%
0.001 0~0.005 0	0.001 0
0.005 0~0.010 0	0.002 0
0.010 0~0.025 0	0.005 0

8 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- 试样；
 - 使用的标准(包括发布或出版年号)；
 - 使用的方法(如果标准中包括几个方法)；
 - 分析结果及其表示；
 - 与基本分析步骤的差异；
 - 测定中观察到的异常现象；
 - 试验日期。
-

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
钼化学分析方法
第 25 部分:氢量的测定
惰气熔融红外吸收法/热导法
GB/T 4325.25—2013

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100013)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

网址:www.gbl68.cn

服务热线:010-51780168

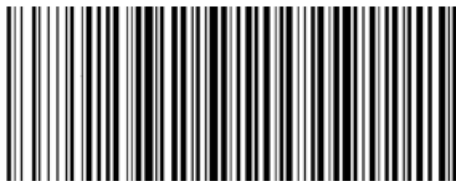
010-68522006

2013 年 6 月第一版

*

书号:155066·1-47289

版权专有 侵权必究



GB/T 4325.25-2013