

# 双层感应圈加热快速测定金属中的氢

张克顺 周静漪 穆兴文

由于氢对金属材料的敏感性和有害作用,特别是造成航空金属材料裂纹和断裂的重要原因,因此从五十年代开始即用自制的真空加热抽取法测定金属中的氢。该方法仪器复杂,加热温度低于1000℃,分析时间亦在30min左右。六十年代起应用了脉冲加热和高频感应加热石墨坩埚熔样的方案,石墨坩埚含有大量气体造成了一定的空白值,这对微量分析极为不利。

本文介绍不用石墨坩埚熔样,以改装后的国产GP8-A8K VA电炉,用双层感应圈直接快速加热金属样品,从而达到快速析氢,空白值可忽略不计,使定容测压法的分析时间达到2min。

根据氢在金属中的溶解度遵守西华特定律  $[H] = K \sqrt{P_{H_2}}$ 、溶解度和自由能的温度关系  $\Delta G = -RT \ln K$ , 在本分析方法中  $P_{H_2}$  很低 ( $10^{-4}$  mmHg), 即能保证溶解氢的析出。提高分析时金属样品的加热温度是快速析出氢的

关键。

为了使高频感应加热炉的感应圈(负载)上的磁滞损耗即产生之涡流尽量大,将原高频炉的主回路振荡线圈匝数由原设计的12匝减少至3匝,以提高输出功率。对于加热感应圈则用外径6mm、内径4mm的紫铜管绕制成内径25mm、外径54mm双层、各5匝的感应加热圈。加热样品时振荡频率(f)最高可达1.5MHz。

金属样品的直径(r)及电阻率( $\rho$ )、磁导率( $\mu$ )与其加热至不同温度所需的频率(f)如下列关系式:

$$f = \rho \times 1.55 \times 10^6 / \mu r^2$$

这样可根据金属样品大小确定加热频率。

采用双层感应圈加热析氢,由于交变磁场加强,受热点集中,增强了发热量(Q),即使在金属(如W、Ti)无磁材料也可加热至熔点以上。其加热装置图如图1,实际加热状态如图2。

× × × × × × × × × × ×

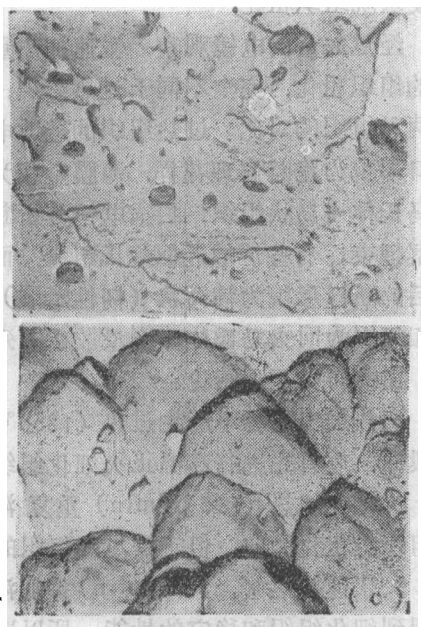


图3 (a)、(b)为过热组织;(c)、(d)为重复等温淬火后组织;  
(a)  $\times 10000$ ; (b)、(d)  $\times 2000$ ; (c)  $\times 5000$

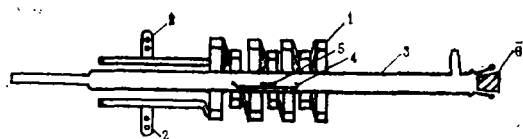


图 1 双层感应圈加热装置

1—双层感应圈；2—接线头；3—石英管；  
4—石英舟；5—试样；6—加样口用橡胶塞

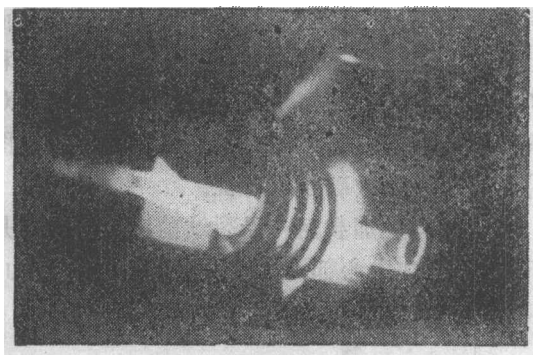


图 2

本文对所确定的试验条件，都经过实验考核，并选用正交试验 $L_{12}(3 \times 2^3)$ 探求最佳分析条件，见表1。

表 1

因 素	水 平		
1. 双层感应圈(匝)	8	10	12
2. 阳极电流(A)	0.5	0.8	
3. 栅极电流(mA)	100	250	

所得结果为： $A_2B_2C_2$ ，影响结果的次序， $B \rightarrow A \rightarrow C$ 。从技术上说明如下：三因素中的主要作用是高频电炉振荡器的阳极电流，安培匝决定感应加热的磁场强度，如果采用8匝效率较低，12匝分三层由于损耗增大效率亦低，10匝二层效果最佳，并能起到良好的匹配作用。

根据选择和确定的分析条件，对多种金属中的氢含量进行了测定，并用标样作了对照，配合了生产。分析结果列于表2。

表 2 分析数据 [H]ppm

序号	样 品	标 准 值	分 析 数 据	平 均 值	偏 差
1	TC3		31.2, 30.7, 30, 30.9, 30, 28, 29.4, 29.1, 28.7, 27.7, 28.7, 27.2	29.3 $S=1.3$	
2	TA1		23.5, 22.5, 21.7, 22.3, 22.9, 21.5, 24.1, 22.8, 21.6, 22.8, 21.7	22.5 $S=1$	
3	美国NBS SRM352	$32 \pm 2$	33, 34, 32, 31, 31, 30, 32, 30, 31, 31, 31	31.5	-0.5
4	美国NBS SRM352a	$20 \pm 3$	20.6, 21.0, 21.3, 21.5, 20.8	21.0	+1.0
5	美国NBS SRM354	$215 \pm 6$	205, 209, 200, 212, 212, 213, 214, 215, 212	210	-5.0
6	美国NBS SRM1086	$1.7 \pm 0.4$	1.6, 1.9	1.75	+0.05
7	BH3111-1	$4.4 \pm 0.6$	4.8, 4.6, 4.9	4.8	+0.4
8	ZT-4		18, 17, 16, 15	16.5	
9	GC-4		2.8, 3.2, 3.1, 3.1, 3.3, 2.7	3.0	

结果说明如下：

(1) 采用双层感应圈加热金属试样以热抽取法测定氢，由于是内加热又无石墨坩埚件，加热温度可达 $2000^\circ\text{C}$ ，适用于全部金属材料的测氢需要。同时可在无空白值干扰的情况下提高分析的灵敏度和准确度。分析时间亦从原来

的15~30min缩短至2~3min，扩大了本方法的应用范围。

(2) 双层感应圈加热方案在国内公开发表的文献中尚未见到，绕制工艺易于实现，应用者可根据不同金属的加热温度，设计适宜的双层感应圈，并经过实验确定之。