

焊接样品及相关工艺 — 电弧焊接样品中氢含量测定

1 综述.....	2
2 方法简述.....	2
3 试验过程.....	2
3.1 样品制作.....	2
3.1.1 原理.....	2
3.1.2 焊接固定装置.....	2
3.1.3 试片组装.....	3
3.1.4 焊接试样的保存.....	4
3.1.5 数据保存.....	4
3.2 焊接样本的焊接过程.....	5
3.2.1 概述.....	5
3.2.2 手工金属电弧焊接.....	5
3.2.2.1 电极.....	5
3.2.2.2 制作实验焊材.....	5
3.2.2.3 焊接数据记录和报告格式.....	6
3.2.3 掩埋电弧焊.....	7
3.2.3.1 电极线.....	7
3.2.3.2 焊剂.....	7
3.2.3.3 制作实验焊接样品.....	7
3.2.3.4 焊接数据记录及报告格式.....	8
3.2.4 有/无气体保护药芯焊和气体保护焊丝焊接.....	8
3.2.4.1 填充金属.....	8
3.2.4.2 保护气体.....	8
3.2.4.3 焊接试样制作.....	9
3.2.4.4 焊接数据记录及报告格式.....	10
3.3 焊接试件中氢的测定—基本方法.....	11
3.3.1 汞替换法.....	11
3.3.1.1 储气管的制备.....	11
3.3.1.2 试片清洁处理.....	12
3.3.1.3 试片装载.....	12
3.3.1.4 分析程序.....	13
3.3.2 热导法测定.....	13
3.3.2.1 试片清洁处理.....	13
3.3.2.2 试片装载.....	14
3.3.2.3 载气热抽取法测定.....	14
3.3.2.4 氢气收集测定.....	15
3.3.3 校准.....	16
3.3.4 线性.....	16
3.3.5 准确性.....	16
3.3.6 重复性.....	17
3.3.7 空白.....	17
3.3.8 计算和结果表达.....	17
3.3.8.1 镀层金属中的扩散氢.....	17
3.3.8.2 熔融焊接金属中的扩散氢.....	18
3.3.9 结果报告.....	18
3.4 试件中总氢的测定—快速方法.....	19
3.5 结论.....	19
参考文献.....	19

1 综述

该国际标准详述了使用填充金属法电弧焊接马氏体、贝氏体、铁素体金属焊接样品的制备及其中扩散氢和残余氢的测定。标准中描述的技术包括通过汞替换法收集扩散氢或者将氢收集在充满惰性气体容器顶端，前者是通过替换汞的体积对氢的含量进行测定，后者则是通过对收集到得扩散氢采用热导法进行测定。

扩散氢的收集过程需要对温度进行控制以防非扩散氢发生热反应。适当提高操作温度可实现扩散氢的快速测。

2 方法简述

该方法中焊接金属以能够确保可控制的方式固定在标准试件上，以得到有代表性的分析样本，接下来在样品的保存和处理过程中要防止氢的损失，最后样品被放入气体收集装置（压汞法）或者一个充入惰性气体的容器（热导法）中放置一段时间温度保持在一定温度，将试件中的扩散氢释放出来。扩散氢的量可通过测量体积（压汞法）或热导来测定。最后通过测定焊层金属的重量或者熔敷焊接金属的体积可实现其中扩散氢的计算。

3 试验过程

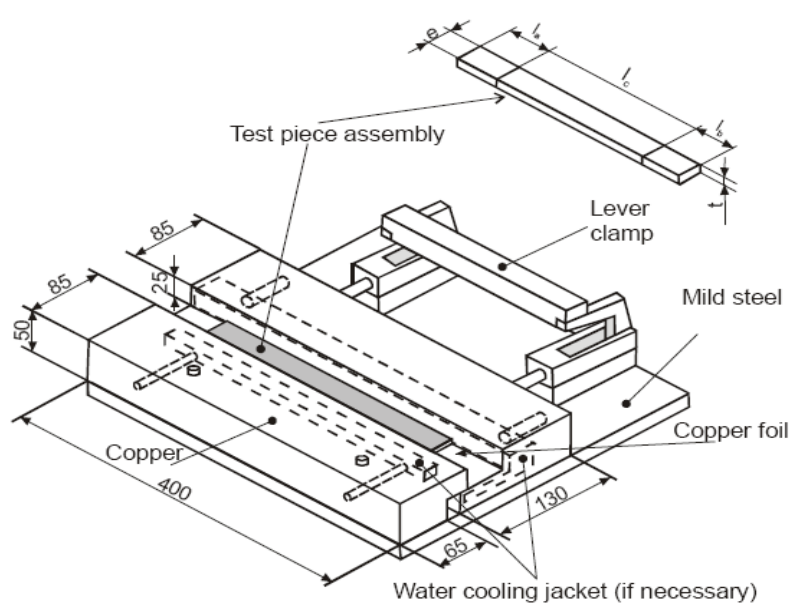
3.1 样品制作

3.1.1 原理

用来实验的焊接是将一焊样本样本骤冷并且保存在 -78°C 或者更低的温度直至分析，去除冷却样品表面的熔渣。

3.1.2 焊接固定装置

合适的焊接固定装置（见下图）可为提供焊接过程均匀的试样片。固定装置的设计确保试件在焊接过程中以排列成线，同时可以按照 3.1.3.d 中的描述条件取出焊接样品时操作简单易行。在每次试验焊接开始前固定装置表面温度要控制在环境温度与比环境温度高出 25 度之间。为缩短操作周期固定装置可通水冷却。冷却水的温度也要进行控制以避免在固定装置和焊接试样之间产生凝结水。在整个焊接过程中试件用锻造铜片固定在固定装置内。铜片可以反复退火，在每次退火之后可在水中急速冷却。退火之后的氧化层可用 10% 的硝酸处理，然后用蒸馏水清洗，干燥。

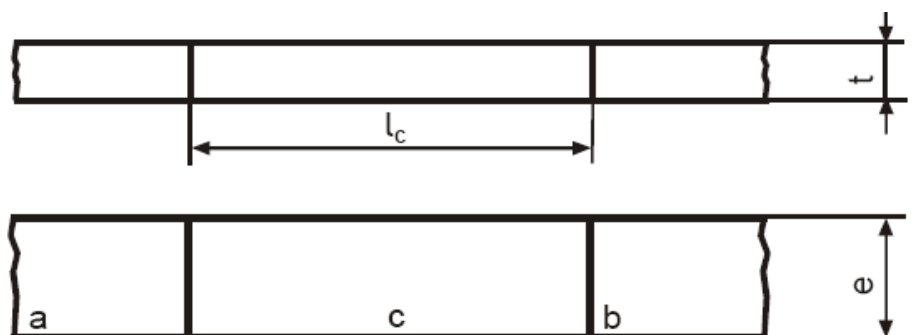


NOTE 1 mm copper inserts (not shown) for SA are 300 mm * x mm

Figure 1 — Example of a suitable welding fixture and test piece assembly for weld deposits

3.1.3 试片组装

试件装置应该用含碳量小于0.18%，含硫量不高于0.02%的非镍边普碳钢制成。测试装置应按下图尺寸制作，除引弧片和引出片以外，其他A、B、C试片长偏差不超过 ± 0.25 mm。



Dimensions in millimetres

Test assembly		$l_a = l_b$	l_c	e	t
A ^a		Min. 25 (50)	80	25	12
B		Min 25 (50)	30	15	10
C		Min 50	15	30	10
a/b	Run-on / Run-off test piece.				
c	Centre test piece.				
$l_a = l_b = >25$ mm: MMAW					
$l_a = l_b = >50$ mm: other welding processes					
^a comparable to the specimen geometry according to AWS A4.3-93 [5]					

Figure 2 — Dimensions of the weld test assembly

下图中显示引弧片和引出片是允许的最小值。所有表面处理成右倒角以确保焊接过程各连接件之间的良好接触。每个试件都要进行抛光以确保宽度的一致性，更好的尺寸控制以确保夹紧（见3.1.4）。该中心试片，应在焊接面的另一侧进行编号。整个试验装置应在 $650^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ 温度下脱气1小时，在干燥惰性气体或真空中进行冷却。如果试件是在空气中进行脱气，那么在测试前要去掉表面氧化层。脱气后的试片应储存在适当的条件下以防止试样的氧化。经过编号和去除氧化层后，试片要进行称重，对于A装置（M1）称样量精确到0.1g，对于B和C装置要精确到0.01g。

3.1.4 焊接试样的保存

每次焊接前试件固定装置的温度应接近环境温度或最高不超过环境温度 25°C 。如果固定装置和试件之间有冷凝水，则冷却水温度必须控制在环境温度或较环境温度高 25°C 。使用3.2中描述的过程及与研究类型相适应的参数，将样品夹在图一所示的固定装置上进行焊接。试片在夹在焊接固定装置之前要用丙酮进行处理。铜箔带的作用是帮助进行热传导和组织固定装置的腐蚀。

A. 焊接应从引弧片上开始，引弧片上的焊接距离应能够保证到达中心试片之前得到稳定的电弧和平整的焊点。

B. 焊接在引出片上终止，但终止点离中心试片的距离不得超过中心试片25mm。

C. 电弧熄灭后松开固定装置，拿开试片放入冰水浴中3-5s，将试件取出冰水浴时冰水浴中应仍然残留冰块。从冰水浴中取出 $20\text{s} \pm 2\text{s}$ 后将试件放入甲醇/干冰或液氮中。

D. 2分钟后试件从冷却浴中取出进行清洁，所有焊接残留的残渣用钢丝刷清除。引弧片和引出片试片从中心试片上移开，试件底部进行均匀性和热着色测试。如果试件在固定装置上定位和固定好的话试片背面的有均匀的成线性的热着色。氧化不能扩散到中心试片背面的边缘。如果这些操作不能在60s内完成中心试片要再次放入低温浴中至少2分钟，之后取出再行检查。

E. 在测定前中心试片保存在 -78°C 的甲醇/干冰浴中可72小时以上，或放在 -196°C 的液氮中可保存21天。

F. 为便于对焊材进行分类，试件焊接过程中周围的绝对湿度应至少每1 000克的干燥空气中3克的水蒸汽。（这相当于 20°C 和20%相对湿度。当用吊索湿度计或其他校准设备对绝对湿度进行测量，等于或超过此条件下，试验应视为满足本国际标准的要求，实际的测试结果符合适用的扩散氢耗材的分类标准的要求。

3.1.5 数据保存

所有相应焊接数据如电流、电压及焊接速度都记录在如 3.2.1.4 所列各种焊接过程的焊接数据记录表中。焊接时的温度湿度等环境条件都应记录并随分析结果一起报告。

3.2 焊接样本的焊接过程

3.2.1 概述

研究的焊接工艺的操作参数，应定义为在3.1中描述的试件上产生单一焊缝。第3.2.2至4.2.4描述了不同焊接过程的工艺。

3.2.2 手工金属电弧焊接

3.2.2.1 电极

掩埋电极使用注意事项：

- A. 从分类的角度出发，电极和埋弧方法应与电极符合的标准中指定的相同。
- B. 从研究的角度出发，电极和焊接参数要符合给定的焊接程序。如果没有给定的程序，应该使用制造商建议最大电流的90%。
- C. 当指定预干燥处理，应该使用由消耗品生产商指定的温度和时间。如果生产商给定的是一个范围，如300 °C到350 °C之间，应该使用平均值。
- D. 有破损或裂缝的电极不可用使用，在应采取条件下用以试验的电极应取自刚打开的包装。在任何干燥过程中电极之间不能接触，也不可接触加热炉壁。干燥过程应使用校准过的炉，电极应该在设定的干燥温度下干燥指定时间。只有要进行试验的电极须放在炉内。当干燥结束后电极要放在一个容器中冷却至室温，如用橡胶棒密封的硼硅玻璃管。冷却至室温后电极要尽快使用，在焊接一小时后不能再使用。任何从干燥炉内取出的电极如果不使用将不能再进行干燥使用。
- E. 当用来实验的电极取自密封容器中，直至焊接前才能打开密封以防止带年纪潮湿。。一些密封的容器是可重复密封的。这种情况下，每个试验电极可单独拆封，要使用该电极用来焊接时容器的密封才被破坏。如果容器是不可重密封的，那么当密封被破坏时所有试验电极将被拆封。每个电极应单独放在用橡胶塞密封的硼硅干燥玻璃管直至电极被用来试验。

3.2.2.2 制作实验焊材

如图一所示黄铜固定装置被用来排列固定试片组。为提高支架的使用效率可用水进行冷却。试件组A或试件组B均可使用。如果这种情况下分类标准不适应，可用4mm直径电极，对掩埋电极进行分类。这种情况下焊接电流应该是比最大电流小15A或少于生产商声明最大值的90%，控制在容许值 ± 10 A，对于直径4mm的电极，调整焊接速度使试件A上的焊层重量 $10\text{ g} \pm 1.5\text{ g}$ ，或者焊接试件B中心焊层重量 $4\text{ g} \pm 0.5\text{ g}$ ，通常每厘米焊层的电极消耗大概在1.2至1.3厘米之间。热量输入的计算是依据ISO 1011[8]标准进行，以VA进行记录。

对每个焊接试验，要使用一个新电极在三个以上试片组每组进行三个以上焊接试验。焊层将沿着试件组中心线进行不能有交叉，试片组通常如图一所示排列。引弧件和引出接

件长度最少25mm。焊接过程不能有熄灭现象。预焊接焊层长度不超过25mm。焊接的时间要进行记录。焊接末端坑应落在引出件上。使用焊接固定装置的方法在3.1.4中描述。焊接结束后焊接样本要进行急速冷却并按3.1.4描述进行保存，之后试件将被按照3.3中描述清洁并分析其中的氢含量。

在焊接时由于大气湿度对试验结果的影响，针对不同种类掩埋电极，电弧长度应保持尽可能短以维护稳定的电弧。所有试验细节要以表3.2.1.3报告格式进行记录。

3.2.2.3 焊接数据记录和报告格式

该报告表如图 3 提供与试验结果有关的所有的测试参数的细节。

Investigating laboratory:	Date:
Investigator's name:	
Brand name & electrode maker:	Batch No.:
Type of electrode:	Electrode designation:
Diameter of electrode (mm):	Overall length of electrode (mm):

Drying treatment:°C forh

Electrode polarity (d.c. +ve, d.c. -ve or a.c.):

Relative humidity(%) and temperature(°C) at the welding station during welding

Hydrogen extraction temperature:°C

Hydrogen extraction time:min

Type of test piece assembly (A or B):

Number of test piece:

Voltage, V; a.c. or d.c.:

Current, A: type of meter:

Welding time, s:

Weld length, mm:

Heat input, kJ/mm:

Electrode length used, mm:

Run-on length, mm:

Mass of deposited metal on test piece, g:

Test piece to crater distance, mm:

Diffusible hydrogen

(a) H_D , ml/100 g of deposited metal:

(b) H_F , ppm of fused metal:

1	2	3	Average

Other test details not included above:

3.2.3 掩埋电弧焊

3.2.3.1 电极线

对在埋弧焊过程中使用的焊丝直径与电流及焊缝尺寸有关。通常大电流对应大的焊点。用来试验的焊丝或药芯焊丝将被以下列某种方式使用：

A. 出于分类的目的，焊接参数应该同用于力学性能测定中所用焊接金属试件制作参数相同，调整焊接速度使中心试件（assembly A）上焊材重量 $21\text{ g} \pm 5\text{ g}$ 或者小中心试件（assembly C）上焊材重量 $4\text{ g} \pm 0.5\text{ g}$ 。组件B埋弧焊中不用。

B. 出于研究的目的，电极丝及焊接参数应符合给定焊接工艺。使用在真空或惰性气体中加入 650°C 保持1小时的焊丝，可方便研究焊接参数、焊剂类型及焊丝干燥程序对焊接试件中氢含量的影响。

焊接使用电弧能量必须限制在最大 3 KJ/mm 以内。

3.2.3.2 焊剂

当需要干燥时，焊剂应以下列某一种方式进行干燥：

A. 从分类的角度，要与焊剂符合的标准相一致。

B. 从研究的角度，与生产者推荐相一致。

三个焊件至少需要1公斤焊剂，在一定温度下放在校准的炉内，放在开放容器中进行干燥。焊剂最厚不能超过 15 mm 。在干燥温度下焊剂在炉内干燥指定时间，其他溶剂在此期间不能放进炉内。干燥完成后溶剂要冷却至室温并立刻使用。或者可将溶剂储存在密封的容器中进行冷却保存直至使用。溶剂是不可重复使用的。

3.2.3.3 制作实验焊接样品

如图1所示黄铜固定装置可用来排列固定试片组，该装置可进行水冷。装有弹簧杠杆夹可确保不同试件之间有均匀的受力从而保证好的热接触。加装水冷有助于提高试片的焊接效率。

中心试片大小如本标准3.1.3所述，但是要与较长的引弧片和引出片一起排列，引弧片和引出片最少 50 mm 。本标准3.1.3中详细介绍了试件组的准备、脱气和使用方法。如图4所示，焊剂保持在预先确定的铜箔带以下 25 mm 的深度。如果溶剂制造商指定不同的溶剂深度，那么铜箔的厚度要进行调整以使溶剂处在指定的深度。铜箔底部要放一张合适的铜箔来包裹溶剂。

焊接试验要在至少三组试件组中进行，焊层要沿着试片组的中心线。焊接的时间要进行记录，焊接坑的尾部应落在引出片上但是至少要离中心试件 25 mm ，对于焊层在引弧片上的位置没有特别要求，但是长度应足以保证在到达中心试件上之前得到稳定的电弧和焊层。焊接夹具的用法如4.1.2描述。电弧熄灭后试件组立刻从固定装置上取下，按照3.1.4所述对试片进行淬火、清洗和存放。

所以实验细节要按照本标准3.2.3.4给出的报告格式进行记录。

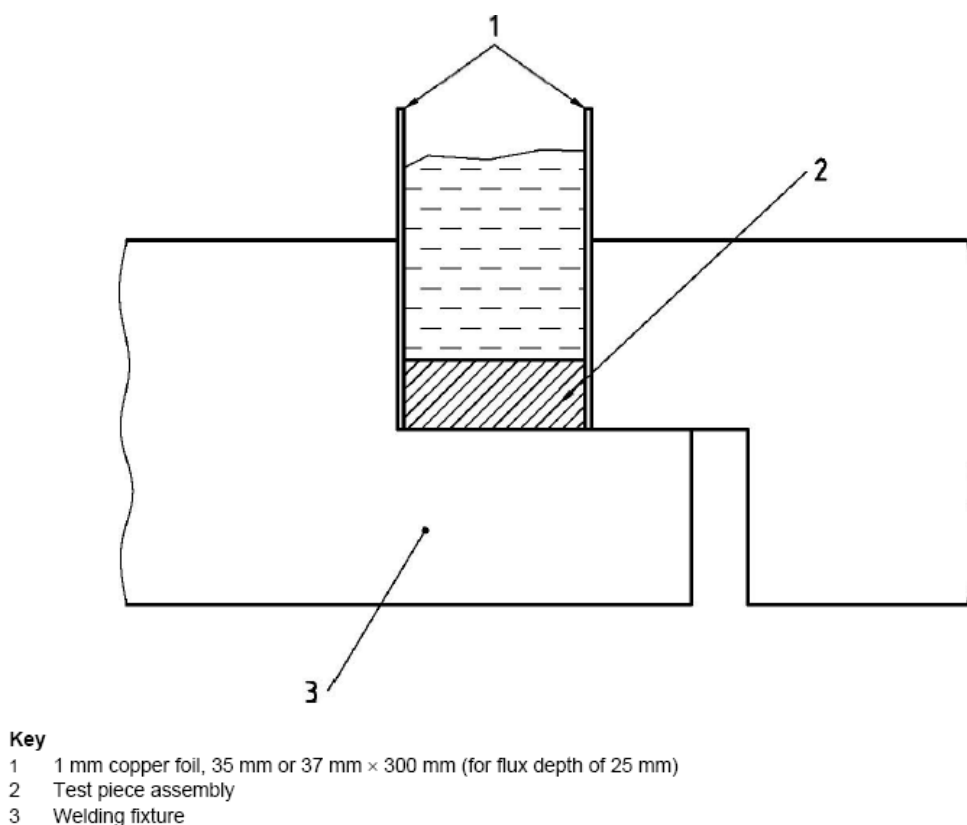


Figure 4 — Use of copper foil to maintain constant flux depth

3.2.3.4 焊接数据记录及报告格式

图 5 给出的报告表包括与测试结果相关的所有的各种试验的全部细节。

3.2.4 有/无气体保护药芯焊和气体保护焊丝焊接

3.2.4.1 填充金属

试验所用填充材料应以下列某种方式使用：

对于分类的目的，焊接参数应与力学性能测定试验中全焊缝金属试件制备所用参数一致。调整移动速度使试片的焊层重量10克 1.5克（试件A）或小试件4克 0.5（试件B）。已经确认的是电极延长对药芯焊所产生扩散氢有很大影响。应当注意扩散氢试验中接触点到工作带的距离与制备用于力学性能测定的全焊接金属试件时相同。

对于研究的目的，填充材料和焊接参数应依据指定焊接工艺。如果制造商给出的是一个范围那么应该使用平均值。当使用未使用过的填充材料卷进行试验，材料外层要全部去除。

3.2.4.2 保护气体

保护气体应与 ISO 14175 标准中规定的相应焊接等级相符。使用的保护气体和气体流

量应按照制造商的建议。保护气体的成分和流量都要在报告中做详细记录。出于研究的目的，有时可能需要干燥保护气体以去除湿气。如果做了这一工作那么气体中水分含量应进行测定并且详细记录。

3.2.4.3 焊接试样制作

Investigating laboratory: _____ Date: _____
Investigator's name: _____
Electrode diameter, mm: _____ Electrode designation: _____
Flux designation: _____
Brand name & electrode maker: _____ Batch No.: _____
Brand name & flux maker: _____ Batch No.: _____
Flux drying temperature and time:°C forh
Electrode polarity (d.c. +ve, d.c. -ve or a.c.): _____
Relative humidity(%) and temperature(°C) at the welding station during welding
Hydrogen extraction temperature:°C
Hydrogen collection/extraction time:d;h
Type of test piece assembly (A or C):

Number of test piece: _____
Voltage, V; a.c. or d.c.: _____
Current, A; type of meter: _____
Welding time, s: _____
Weld length, mm: _____
Welding speed, mm/s: _____
Heat input, kJ/mm: _____
Wire feed speed, mm/s: _____
Electrode extension, mm: _____
Run-on length, mm: _____
Mass of deposited metal on test piece, g: _____
Test piece to crater distance, mm: _____

Diffusible hydrogen

(a) H_D , ml/100 g of deposited metal:

(b) H_F , ppm of fused metal:

1	2	3	Average

Other test details not included above:

如图1所示用铜装置调整和固定试件。铜装置可用水进行冷却以实现更快的试件的吞吐。那个弹簧式杠杆夹具的使用可确保施加在不同试件上的压力均匀，以确保良好热接触。引弧片和引出片长度要大于25mm。焊接参数的选择要使输入的热量不能超出装置的限制。试件组用退火铜箔夹在装置中。

至少要进行三组平行试验，焊接点要沿着试件组中心线。焊接时间要做记录。焊接最后的坑应落在引出片上但是离中心试件不得超过25mm。对焊接在引弧片上的起始位置的

长度没有特别给定，但是得保证到达中心试件之前能产生稳定焊点的电弧。焊接固定装置在3.1.2中介绍。

焊接电流、极性、电压、时间，焊缝长度，电极延长，送焊丝速度和气体流量及实验室环境温度和湿度都要按给定报告格式做详细记录。电弧熄灭后试件组要立刻从固定装置上取下，如3.1.4所述试件淬火，清洗和存放顺序进行。如3.2.3.4中给出的报告形式对所有试验细节进行记录。

3.2.4.4 焊接数据记录及报告格式

图 6 中的报告表给出所以与试验结果相关的各种参数的全部细节。

Investigating laboratory:		Date:	
Investigator's name:			
Type of filler material:	Shielding gas:	Drying treatment:	
Filler material designation:	Gas cup i.d., mm:		
Brand name & electrode maker:	Batch No.:	Diameter of filler material,	

mm:	Shielding gas flow, l/min:	
Electrode polarity (d.c. +ve, d.c. -ve or a.c.):	Details of tungsten electrode, if any (°C):	
Relative humidity(%) and temperature(°C)	Make:	
at the welding station during welding	Diameter, mm:	
Hydrogen extraction temperature:°C	Cone angle:	
Hydrogen collection/extraction time: ... d .. h	Designation:	
Type of test piece assembly (A or B):		

Number of test piece:	1	2	3
Voltage, V; a.c. or d.c.:			
Current, A; type of meter:			
Welding time, s:			
Weld length, mm:			
Welding speed, mm/s:			
Heat input, kJ/mm:			
Wire feed speed, mm/s:			
Electrode extension, mm:			
Mass of deposited metal on test piece, g:			
Test piece to crater distance, mm:			

Diffusible hydrogen	1	2	3	Average
(a) HD, ml/100 g of deposited metal:				
(b) HF, ppm of fused metal:				

Other test details not included above:

Figure 6 — Report form (diffusible hydrogen, MIG, MAG, TIG or cored electrode)

3.3 焊接试件中氢的测定—基本方法

基本方法必须保证在扩散氢被收集的同时不会有俘获氢被收集。本标准中介绍两种测定扩散氢的基本方法：汞替换法和热导检测法。

3.3.1 汞替换法

这里介绍的气体收集装置是大家熟知的Y型管，汞被用作收集介质。另外还有其他一些气体收集装置，其工作原理跟Y型管法是一样的。这里讲的气体收集装置可用于试片B和试片C（图2）的测定。

3.3.1.1 储气管的制备

如图7所示用来填充试管的汞大约110ml。有一点必须注意就是汞一定要避免污染。在使用双向真空活塞和真空系统的情况下汞可以通过扩口倒入试验管。将试验管水平放置可将管中空气排至试验管顶部，这样可以不使用真空系统。当缓慢将试验管垂直立起的同时可通过旋转活塞将空气由扩口排出。确保试验管顶部没有空气。如果有空气则以上步骤要重复进行直至将空气排完，取下真空活塞。

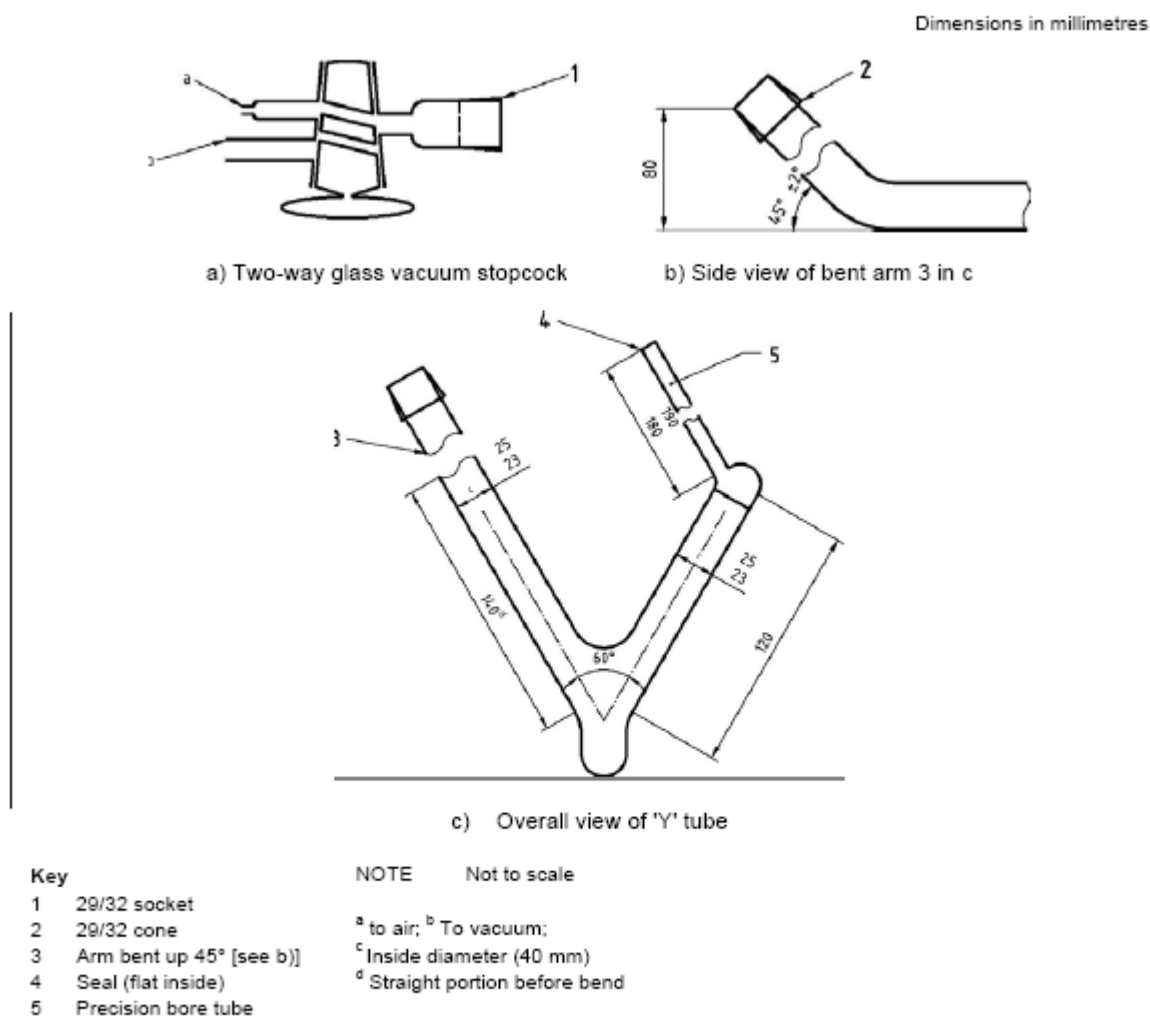


Figure 7 — Diffusible hydrogen collecting apparatus, 'Y' tube

3.3.1.2 试片清洁处理

中心试片要用钢刷去除表面的氧化层和焊接残渣，每次将试件取出冷却浴时间不得超过60s，然后放入冷却浴冷却至少2分钟。

3.3.1.3 试片装载

试片从冷却装置中取出升至室温，这可以通过将试件放入水中，当表面的冰开始融化时即可。以下的步骤要尽快完成不能超过2分钟。试片用丙酮清洗并用压缩空气干燥后，立刻移入阔口试件中。用双向真空活塞将试管封闭后进行排空。丙酮和从试件表面蒸发的痕量冷凝水，被空气带出。用磁铁操纵下将试件从水平方向移动到容器管下方，直到它刚好浮于汞表面。将容器管放置到垂直位置的过程中要防止空气进入。在扩口处会有空气，将双向活塞移开，用软木塞或玻璃塞将扩口处封闭以防有少量汞蒸气挥发出来。扩散氢从试件脱出收集在管式容器中。

警告：金属汞和汞蒸气对人体是有害的，能够通过呼吸、饮食或皮肤接触被人体

吸收。在对汞进行操作时至少要注意以下几点：

扩散氢的试验装置应设在通风橱下，任何涉及汞处理的步骤应进行通风橱下。

试验装置应置于托盘内或者有raised lip的试验上以避免任何可能的泄露。

在搬运汞及含汞的样品或设备是都要戴上橡胶或塑料手套。

任何汞泄露都要及时清理。

3.3.1.4 分析程序

将试件维持在 $25\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下数日直至氢气的体积不再增加。“不再增加”可以理解为24h内气体体积变化不超过1%，用高差计测量汞液面以上氢气柱的长度，记录室温及

$$V = \frac{273(P - H)(\pi r^2 \cdot C)}{760(273 + T) \cdot 1000}$$

当时大气压，用下式将氢气体积转换至标准状态下氢气体积：

式中

V = 换算到标准状态下的氢气体积，以毫升表示；

P = 大气压以毫米汞柱表示；

H = Y型管两侧汞柱液面高度差以毫米表示；

C = 汞柱液面以上气柱长度以毫米表示；

r = 容器管内半径以毫米表示；

T = 测定氢时的室温以摄氏度表示。

试验结束后从装置上取下试件进行量，最终重量精确至10毫克，以克为单位，记录所有相关数据。

3.3.2 热导法测定

一般来说，系统使用的热导检测器主要有两种类型之：第一是热载气抽取法，其中试样加热至相对较高温度（ $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ ）扩散氢从样本中抽取并连续测定。第二类是试样被加载到一个合适的容器，容器加热到相对较低的温度（一般在 $45\text{ }^{\circ}\text{C}$ 和 $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ ）。所收集的氢气测定作为一个单独的步骤，通常是利用气相色谱设备。本标准的目的是介绍几种用TCD法测定金属中氢含量的商业设备。然而，重要的是注意，任何用于测定焊缝金属扩散氢的设施在精度和可重复性方面必须有一定的相关性。特别是使用气相色谱或TCD法的不同测量系统的校准程序可能会不同。这种方法对检测试片A、B、C都是有效的。

3.3.2.1 试片清洁处理

中心试片要用钢刷彻底去除表面的焊接残渣和氧化物，这一过程要在试片中冷却浴中取出的间隙进行，样品表面清洁时离开冷却浴的时间不得超过15s（另见本标准3.1.4中d和

e) 。

3.3.2.2 试片装载

中心试片从乙醇/干冰浴或者液氮浴中取出，放入水中保温至试片表面不再有结冰，接下来试片要用丙酮干燥后放入合适氢气收集容器。容器要用惰性气体进行吹扫，充入惰性气体并与空气隔离。

3.3.2.3 载气热抽取法测定

在该过程中氢的提取是在很短的时间内完成。按照制造商的说明操作设备。样本加热后按本标准 3.3.2.2 中制作的样本放入适当的容器来收集 H₂。测定扩散氢含量需将样品和

$$V_H = \frac{273}{(273 + T)} \times \frac{(P)V}{760}$$

where

T = temperature (C) of measured hydrogen volume

P = pressure (mm Hg) of measured hydrogen volume

V = measured volume of hydrogen (ml)

V_H = volume of hydrogen gas at Standard Temperature and Pressure (ml)

The test piece shall be removed from the container and weighed to the nearest 0.1 g for assembly A center pieces or to the nearest 0.01 g for assembly B or C center test pieces (m₂).

Table 1 — Minimum holding time at a given temperature for complete hydrogen evolution

Minimum Extraction Time h	Temperature °C +/-3 °C
0.35	400
0.4	390
0.5	360
1	285
2	225
3	195
4	175
5	160
6	150
8	140
10	125
12	120
14	115
15	110
18	100
36	70
64	50
72	45

容器一起加热到最大 400 °C，收集测定要连续进行直至完成所有扩散氢测定。当温度超过 400 °C 时可能会导致俘获氢活化。

3.3.2.4 氢气收集测定

将按照本标准4.3.2.2中装好样品加热后应加载到一个合适的容器中收集氢气。容器要用惰性气体如Ar吹扫之后充入惰性气体并保持密封状态隔绝空气。容器要转移到加热装置中来收集氢气，具体操作条件如表1中所列。完成加热/收集后容器应冷却至室温用来分析氢。通过这些操作可对整个试片中的氢进行定量分析，或者可表示为单位样品中的含氢量。热导池（TCD）用来分析输出混合气中H₂的含量。如果测定氢体积不是在标准温度和压力下要用下式进行转换。

将按照本标准4.3.2.2中装好样品加热后应加载到一个合适的容器中收集氢气。容器要用惰性气体如Ar吹扫之后充入惰性气体并保持密封状态隔绝空气。容器要转移到加热装置中来收集氢气，具体操作条件如表1中所列。完成加热/收集后容器应冷却至室温用来分析氢。通过这些操作可对整个试片中的氢进行定量分析，或者可表示为单位样品中的含氢量。热导池（TCD）用来分析输出混合气中H₂的含量。如果测定氢体积不是在标准温度和压力下要用下式进行转换。

如下：

$$V_H = \frac{273}{(273+T)} \times \frac{(P)V}{760}$$

where

T = temperature (C) of measured hydrogen volume

P = pressure (mm Hg) of measured hydrogen volume

V = measured volume of hydrogen (ml)

V_H = volume of hydrogen gas at Standard Temperature and Pressure (ml)

The test piece shall be removed from the container and weighed to the nearest 0.1 g for assembly A center pieces or to the nearest 0.01 g for assembly B or C center test pieces (m₂).

Table 1 — Minimum holding time at a given temperature for complete hydrogen evolution

Minimum Extraction Time h	Temperature °C +/-3 °C
0.35	400
0.4	390
0.5	360
1	285
2	225
3	195
4	175
5	160
6	150
8	140
10	125
12	120
14	115
15	110
18	100
36	70
64	50
72	45

3.3.3 校准

The calibration must be carried out by supplying a known hydrogen volume to the carrier gas hot extraction system over the working area of interest. The analysis instruments should preferably incorporate different closed gas calibration units with different volumes. The apparatus shall be assembled and operated following the instructions of the manufacturer. Depending on the analysis instrument, a sufficiently long gas flow time must be assured for stabilization. During normal instrument use, any existing calibration shall be checked by gas dosing before analysis is attempted. The instrument preparation procedure shall also be adhered to. Checks shall be made at hourly intervals during a series of analyses in order to ensure that no drift has occurred in the instrument calibration. The detector shall be calibrated over the appropriate range of hydrogen.

3.3.4 线性

The linearity of response of the instrument may be judged by using linear regression analysis to fit the calibration data and then calculating the correlation R . Values of R close to unity indicate a high degree of correlation.

The range of hydrogen contents to be measured will range from 0.05 ml to over 1 ml at STP.

Hydrogen injection shall cover this range in order to confirm linearity of response, but tests with weld specimens shall be carried out to confirm that the hydrogen evolution characteristics of the sample are followed by the instrument in a linear fashion.

3.3.5 准确性

If a reference material is available for diffusible hydrogen determination, resort shall be made to it. Accuracy can be determined by statistical comparison of preferably identical weld metal specimens. The specimens are arbitrarily divided into two groups. The first group is analysed by the alternative method whilst the second group is analysed by one of the two the primary methods above. The accuracy of the alternative method shall be determined at several levels of hydrogen content. These shall include the 1 ml, 5 ml, 10 ml and 15 ml per 100 g deposited weld metal hydrogen levels. A further check at the 25 ml level should be done in order to cover the analysis of non-hydrogen controlled consumables. The accuracy of the alternative method is then judged by assessing the statistical significance of the difference in means of the two sets of results. If the probability of the difference not due to chance is greater than 95 %, then the difference in means is probably significant. The most common statistic to use when comparing means is the t value defined as:

$$t = \frac{\text{Difference of means}}{\text{Standard of difference}}$$

The following equation may be used to calculate t

$$t = \frac{(\bar{X}_R - \bar{X}_P)}{\sqrt{\frac{s_R^2}{n_R} + \frac{s_P^2}{n_P}}}$$

where \bar{x}_R , s_R and n_R are respectively the mean, standard deviation and number of test pieces for the alternative method and \bar{x}_P , s_P and n_P are respectively the mean, standard deviation and number of test pieces for the primary method.

The t value so obtained is applied to tables of statistics where, for the number of degrees of freedom involved ($n_P + n_R - 2$), the probability of this value having arisen by chance will be given. If the difference in means is judged to have arisen by chance, then the two methods may be assumed to give identical results.

3.3.6 重复性

A series of repeat welds, analysed as indicated for the test on accuracy, will also provide information on the reproducibility.

$$s = \sqrt{s_b^2 + s_w^2}$$

Reproducibility is the consistency of replicate tests and is expressed by the standard deviation s . A reproducibility index, $2s$, may be defined and in statistical terms 95 % of results would lie within a band $\bar{x} \pm 2s$ where \bar{x} is the mean value. A decrease in the numerical value of s implies an increase in reproducibility.

Reproducibility of a method is best determined using a planned trial in which analysts from several laboratories are involved in order to characterize the within-operator and between-operator components of the standard deviation given by the following equation:

s_b is the between-operator standard deviation;
 s_w is the within-operator standard deviation.

The standard deviation of nine results of each of the control levels mentioned under 4.3.5 gives values of s_w for both the alternative and primary methods.

对一系列焊接样品进行分析可以得出试验结果的准确性，同时可以得出重复性的信息。重复性是重复性试验相关的指标以绝对标准偏差表示。

3.3.7 空白

对空白进行测定，以确定脱气后标准尺寸焊接样本的一种测定方法。此操作最好定期进行以确保仪器正常使用。应该指出如读出增益表示的仪器响应对分析结果的准确度和重复性都有影响。比如，4g焊层样品测定结果是0.01mlSTP下H₂代表100g焊层中0.25mlH₂，或者熔融焊中H₂大概0.11ppm。

3.3.8 计算和结果表达

3.3.8.1 镀层金属中的扩散氢

计算每 100g 焊层中标准状态下 H₂ 的体积可以下式，单位是 ml/100g 焊层金属。

$$H_D = V_{STP} \cdot \frac{100}{(m_2 - m_1)}$$

3.3.8.2 熔融焊接金属中的扩散氢

为了对焊接缝中扩散氢进行测定必须测定熔融焊金属中的扩散氢。要计算熔融焊接金属中的扩散氢不仅要考虑焊层金属还要考虑基体材料的熔融部分。因此测定熔融焊接金属及总焊接量，其中包括从基体金属中释放的氢。通常，熔融焊接材料中的氢大概在焊层焊接金属中氢含量的 50%以下。

如果要知道熔融金属中氢的浓度，必须测得熔融金属和焊层金属互溶区面积。这个可以使用图像显微镜设备在试片两端侧面进行测定，取平均值。熔融焊接中扩散氢可用下式进行计算：

$$H_F = H_D \times 0.9 \times \frac{\text{Average area of deposited metal}}{\text{Average area of fused metal}}$$

in parts per million by mass.

3.3.9 结果报告

所有与解释结果有关的数据，都应当记录在下图所示分析数据表中。对于这一国际标准，三次焊接所测氢浓度平均值至少应当保留至小数点后一位。

Method of diffusible hydrogen analysis:

Hydrogen collection temperature:	°C
Hydrogen collection time:	d; h
Barometric pressure (recorded during measurement) (P):	mm Hg
Room temperature (recorded during measurement) (T):	°C
Radius of capillary (Collection over mercury)::	mm

Number of test piece:	1	2	3
Mass of centre test piece (m ₁), g:			
Mass of centre test piece plus weld (m ₂), g:			
Mass of deposited metal (m ₂ - m ₁), g:			
Average area of deposited metal, mm ² :			
Average area of fused metal, mm ² :			
Length of hydrogen gas column (C), mm:			
Head of mercury in capillary (H), mm:			

Figure 8 — Analysis data sheet

在本标准 3.2.2.3、3.2.3.4 中给出的报告形式中可以详细记录每套焊接的焊接消耗品、焊接参数和试验条件。氢的测定结果都要以相同的格式记录。

数据记录中要使用四舍五入对数字进行处理。有两个连续整数相乘，保留小数位数应于参加计算的数目一致。

3.4 试件中总氢的测定—快速方法

只有根据研究的材料不同了解俘获氢的活化能，从而提高脱气温度才能测定总氢含量（扩散氢加俘获氢）。可以使用熔融法对总氢进行测定。

温度高于400°C时可测定包括残余氢在内的总氢。当温度超过500°C时样品表面状况对测得氢的体积有显著影响。

3.5 结论

标准31-0 [9]提供使用物理量，量和单位符号的准则，和统一的计量标准特别是SI标准。其目的是在科学技术各个领域应用，通过ISO 31标准中其他部分定义可增强它的应用。

参考文献

- [1] ISO 630, Structural steels — Plates, wide flats, bars, sections and profiles
- [2] ISO 2560, Covered electrodes for manual arc welding of mild steel and low alloy steel — Code of symbols for identification
- [3] DIN 8572-1, Determination of diffusible hydrogen in weld metal; manual arc welding
- [4] Doc.IIS/IIW-452.74, Weld hydrogen levels and the definition of hydrogen controlled electrodes. Welding in the World, 1974, Vol. 12, No.3/4, p.69
- [5] AWS A4.3-93 Standard Methods for Determination of diffusible Hydrogen Content of Martensitic, Bainitic and Ferritic Steel Weld Metal Produced by Arc Welding
- [6] V. van der Mee: Effect of Atmospheric Storage Conditions on Weld Metal Diffusible Hydrogen Content of Gas Shielded Cored Wires (II-1437-01)
- [7] F.R. Coe: Hydrogen measurements – current trends versus forgotten facts. (II-1079-86)
- [8] ISO 1011: Recommendations for welding of metallic materials
- [9] ISO 31-0: Quantities and units