

附录 A
(资料性附录)

惰气脉冲熔融热导法测定钢铁中氢含量精密度试验原始数据

表 A.1

实验室	氢含量(质量分数)/(μg/g)				
	水平-1	水平-2	水平-3	水平-4	水平-5
1	0.29	1.9	4.3	5.3	28.4
	0.25	1.7	4.5	5.3	28.7
	0.24	1.9	4.2	5.5	29.2
2	0.15	2.1	5.0	5.6	29.8
	0.28	2.1	5.0	5.5	30.1
	0.15	1.8	5.1	5.6	31.0
3	0.24	1.8	4.6	5.6	27.5
	0.23	1.8	4.7	5.9	27.1
	0.24	1.9	4.7	6.1	27.3
4	0.26	1.8	4.8	5.9	30.2
	0.20	1.8	4.9	6.0	30.2
	0.27	1.7	4.9	6.0	29.5
5	0.24	1.7	5.0	5.4	26.6
	0.20	1.8	4.7	5.4	26.3
	0.23	2.1	4.7	5.4	27.8
6	0.27	1.9	5.0	5.8	27.5
	0.24	2.0	4.7	6.2	28.0
	0.22	1.9	4.5	6.1	29.3
7	0.28	1.8	4.7	5.8	27.0
	0.28	1.7	4.7	5.6	29.3
	0.22	1.7	4.7	5.5	28.4
8	0.21	1.5	4.8	6.0	28.5
	0.26	1.8	4.8	6.1	28.8
	0.26	1.7	4.9	5.9	28.7
9	0.27	1.6	4.8	5.8	24.6
	0.27	1.8	4.9	6.1	24.8
	0.34	1.5	4.8	6.1	24.0



中华人民共和国国家标准

GB/T 223.82—2007

钢铁 氢含量的测定
惰气脉冲熔融热导法Steel and iron—Determination of hydrogen content—
Inert gas impulse fusion heat conductivity method

GB/T 223.82—2007

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-30593

定价: 10.00 元

2007-09-11 发布

2008-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

9 结果计算

氢含量以质量分数 $\mu\text{g/g}$ 计。

10 精密度

本方法的精密度试验由 9 个协作单位 9 个实验室对氢元素的 5 个含量水平进行测定,每个实验室对每个元素的各含量水平在 GB/T 6379.1 规定的重复性条件下测定 3 次。各实验室报出的原始数据(测定值)见附录 A(资料性附录)。原始数据按照 GB/T 6379.2 进行统计分析,精密度见表 1。

表 1 重复性限 r 和再现性限 R

元素	水平范围/ $(\mu\text{g/g})$	重复性限 r	再现性限 R
氢	0.20~30.0	$\lg r = -0.6862 + 0.5549 \lg m$	$R = 0.08152 + 0.1521 m$

重复性限(r)、再现性限(R)按以上表 1 给出的方程求得。

式中 m 是两个测定值的平均值,单位为 $\mu\text{g/g}$ 。

在重复性条件下,获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于重复性限(r),大于重复性限(r)的情况以不超过 5%为前提;

在再现性条件下,获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于再现性限(R),大于再现性限(R)的情况以不超过 5%为前提。

11 试验报告

试验报告应包括以下内容:

- 所有辨别样品、实验室及分析数据所需的内容;
- 引用本部分所用的方法;
- 结果及表达形式;
- 测量过程中观察到的异常现象;
- 任何本部分中未规定的操作或任何可能影响结果的操作;
- 试验所用的仪器和试验日期。

中华人民共和国
国家标准
钢铁 氢含量的测定
惰气脉冲熔融热导法
GB/T 223.82—2007

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 8 千字

2008 年 2 月第一版 2008 年 2 月第一次印刷

*

书号: 155066·1-30593 定价 10.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533

仪器的杂质去除装置和辅助净化系统过滤器和试剂是否有效,若失效需清洗或更换。

5.2.2 必要时,在电源连接和水冷系统开启的情况下,对仪器进行漏气检查。

5.2.3 设置仪器参数,预热稳定仪器。若长时间关机,开机后必须有足够的时间进行预热使仪器稳定。更换过滤器、净化试剂后仪器处于非作业状态,需通过(2~3)次空烧稳定仪器。

5.2.4 系统空白必须相对稳定,对低含量 $<1\ \mu\text{g/g}$ 样品空白必须降到所测定含量的50%以下。如果仪器有自动空白扣除功能,调零后测量空白读数,待仪器稳定,最后三次测量值相差 $<10\%$ 时,输入最后三次空白的平均值,进行自动扣除。

6 取样与制样

钢铁材料中氢在取制样过程中极易损失和污染,在取样、保存和制样过程中必须避免氢损失和被环境粘污。氢损和样品温度、环境氢分压、样品存放时间等有很大关系。

6.1 炉前取样是一项专业技术,必须使用特制的取样装置。一种新的炉前取样方法或新取样装置应用实施前,必须对其可靠性和有效性进行评估,并出据评估报告备案。炉前取得的样品若需较长时间保存(不超过24小时),可存放于干冰或液氮中,短时间可保存于干燥器中,在操作时使用镊子并避免水汽在样品表面凝结。取样方法按照GB/T 20066。

6.2 锭或型材上取样时,必须防止发热,试样加工温度应低于 $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

6.3 制备试样时,可用车床加工,边车边用无水乙醇冷却。也可缓慢打磨试样表面,去掉粘污层,截取合适尺寸的长条状样品,质量为 $0.5\ \text{g}\sim 2.5\ \text{g}$ 之间。氢含量越低,要求样品量越大。用四氯化碳、乙醚或丙酮清洗,自然风干或冷风吹干备用。

6.4 类似于充氢试样等制备好的现成样品仅用四氯化碳、乙醚或丙酮清洗、风干或冷风吹干后即可直接使用。

7 校准

7.1 要求

使用的仪器必须是经过定期校验和校准的,出现以下任何一种非正常情况时,必须对仪器进行重新校准,以确保测量的可靠性和有效性:

- 1) 仪器中毒被污染,做任何试样和标样均拖长尾,清理污染后校准;
- 2) 对分析结果有影响的突发故障,故障排除后必须校准;
- 3) 主要参数被更改后必须校准。

7.2 校准步骤

准备至少四个平行的尺寸合适、质量在 $0.5\ \text{g}\sim 2.5\ \text{g}$ 之间的钢中氢标准物质/标准样品,其氢含量接近或略大于未知样品氢含量。按照测量(8)对每个标准样品至少测量两次,以其平均值校准仪器。用第3或第4个标准样品检验校准情况。若两次测定结果不超差,则认定校准有效。否则重新校准仪器。

8 测量

8.1 分析步骤

设置仪器进入作业状态;按照6制取样品,质量在 $0.5\ \text{g}\sim 2.5\ \text{g}$ 之间,称量,输入样品量,将样品放入仪器装样器中。按照仪器使用说明书开启分析循环,完成每一个完整的分析过程。

8.2 分析条件(推荐)

- 1) 脱气功率 $3\ 000\ \text{W}$ 或电流 $850\ \text{A}$;
- 2) 分析功率 $2\ 500\ \text{W}$ 或电流 $700\ \text{A}$;
- 3) 分析时间 $90\ \text{s}$ 。

前 言

GB/T 223的本部分的附录A是资料性附录。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由全国钢标准化技术委员会归口。

本部分主要起草单位:中国科学院金属研究所。

本部分主要起草人:朱跃进、姜志民、李素娟。