

零时间,在零时间应立即保持初始总应变或标距恒定。在试验期间试样应变的波动应控制在 $\pm 5 \times 10^{-6}$ mm/mm以内。

A2.4 连续或定时记录试验力和试验温度,必要时监测试样的初始总应变或标距。采用定时记录时,如无其他规定,建议按下列时间间隔记录:1min、3min、6min、9min、15min、30min、45min、1h、1.5h、2h、4h、8h、10h、24h,以后每隔24h记录一次,直至试验结束。

A3 试验数据处理

A3.1 达到规定试验时间的松弛率按式(A1)计算:

$$R(\%) = \frac{F_0 - F_r}{F_0} \times 100 \quad (\text{A1})$$

A3.2 为了比较材料的相对松弛特性,可以绘制松弛率与对数时间或对数松弛率与对数时间的关系曲线。

A3.3 可以绘制剩余试验力或松弛力与时间或对数时间的关系曲线,或绘制对数剩余试验力或对数松弛力与对数时间的关系曲线。

A3.4 可以采用试验数据的线性回归分析方法对试验数据进行推算。推算1000h的应力松弛性能时,建议最短试验时间不少于100h。

本标准由全国钢标准化技术委员会归口。

本标准起草单位:冶金工业部钢铁研究总院、国家建筑钢材质量监督检验中心、新华金属制品有限公司。

本标准主要起草人:梁新邦、李久林、张克球、段建华、王敬宜。

本标准1988年12月首次发布,1995年12月第一次修订。

9. 《钢铁及合金中碳量的测定》GB 223.1—81

总则及一般规定按GB 1467—78执行。

一、碱石棉吸收重量法

1. 方法提要

试样置于高温炉中加热并通氧燃烧,使碳氧化成二氧化碳,混合气体经除硫后,以已知重量的内装碱石棉的吸收瓶吸收二氧化碳,称量。由吸收瓶之增重,计算试样中的含碳量。

适用范围:本法适用于生铁、碳钢、合金钢、高温合金、精密合金、铁粉。

测定范围:0.10%~5.0%。

2. 试剂与仪器

碱石棉^①:固体(10~20目或20~30目)。

助熔剂^②。

氧气^③。

仪器装置(见图1)。

洗气瓶:3个,其中(5)(7)为空瓶,(6)内盛重铬酸钾—硫酸饱和溶液[称取30g重铬酸

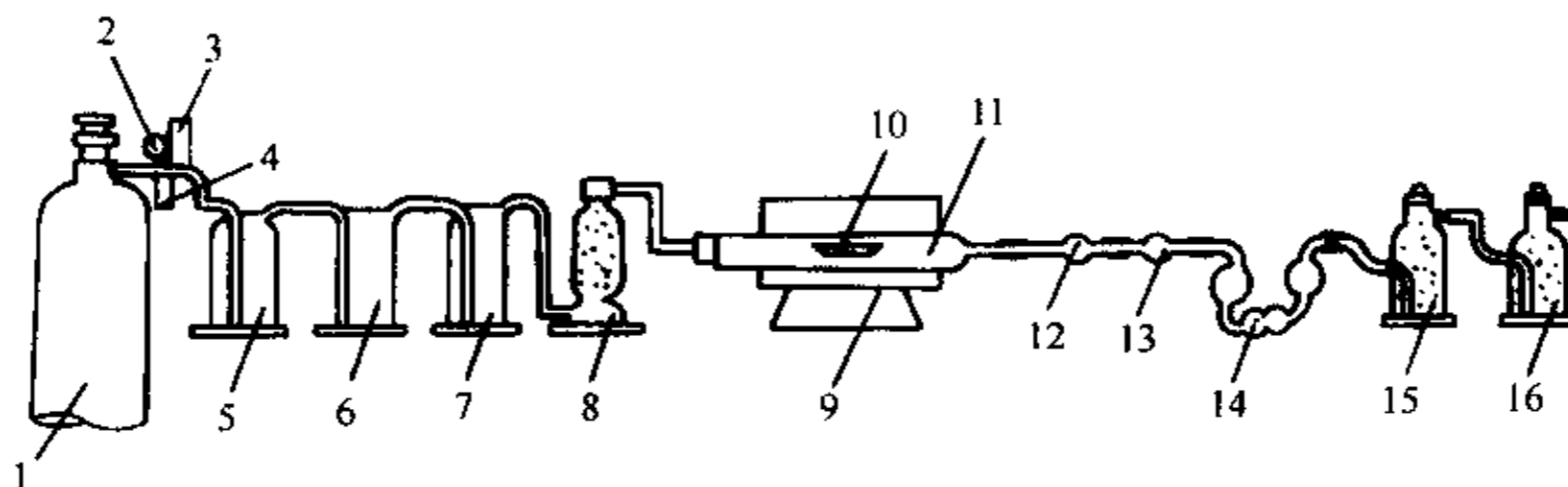


图 1

1—氧气瓶;2—分压表;3—流量计;4—缓冲瓶;5、7—空洗气瓶;6—洗气瓶;8—干燥塔;9—管式炉;10—瓷舟;11—瓷管;12、13—球形干燥管;14—四联球;15—水吸收瓶;16—二氧化碳吸收瓶

钾置于 600mL 烧杯中,加 30~40mL 水,加热溶解,低温蒸发至近干呈结晶状,加 500mL 硫酸(比重 1.84)微热使结晶溶解],装入量约占瓶高度的三分之一。

干燥塔:下层装碱石棉,上层装无水高氯酸镁^④,中间隔以玻璃棉,底部及顶端也铺以玻璃棉。

瓷管:长 600mm,内径 23mm,使用时先检查是否漏气,然后分段灼烧,瓷管两端露出炉外部分长度不小于 175mm,以便燃烧时管端仍是冷却的。

瓷舟:97、88、77mm 均可,使用前须在 1000℃ 高温炉中灼烧 1~2h,冷却后置于盛有碱石棉或碱石灰及无水氯化钙的不涂油的干燥器中备用。

管式炉;附热电偶与温度自动控制器。

球形干燥管:2 个,其中(12)装干燥脱脂棉;(13)装颗粒活性二氧化锰,两端塞有脱脂棉。除硫失效时,应重新更换。

四联球(见图 2):内盛重铬酸钾—硫酸饱和溶液(配制方法与洗气瓶中所盛的重铬酸钾—硫酸饱和溶液相同),装入量约为球体积的五分之二。

水吸收瓶(见图 3):内盛五氧化二磷或无水高氯酸镁,上下均匀地铺以玻璃棉。

二氧化碳吸收瓶:内装有碱石棉,底部均匀地铺以玻璃棉,表面铺 10~15mm 五氧化二磷或无水高氯酸镁,其总重量不超过 100g。

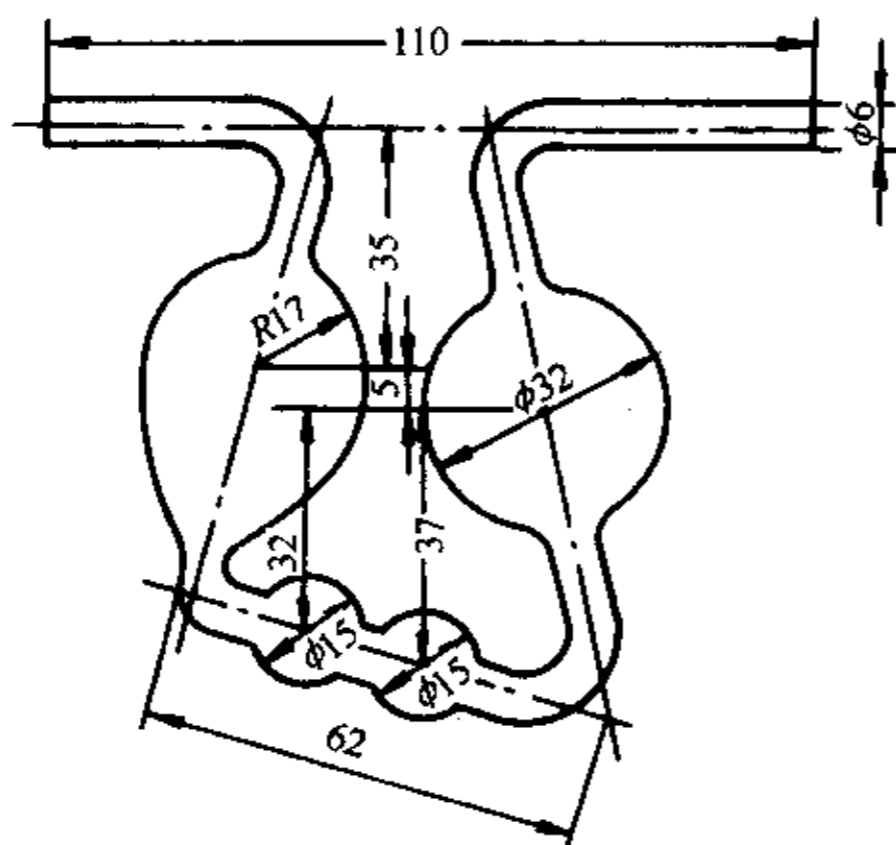


图 2 四联球

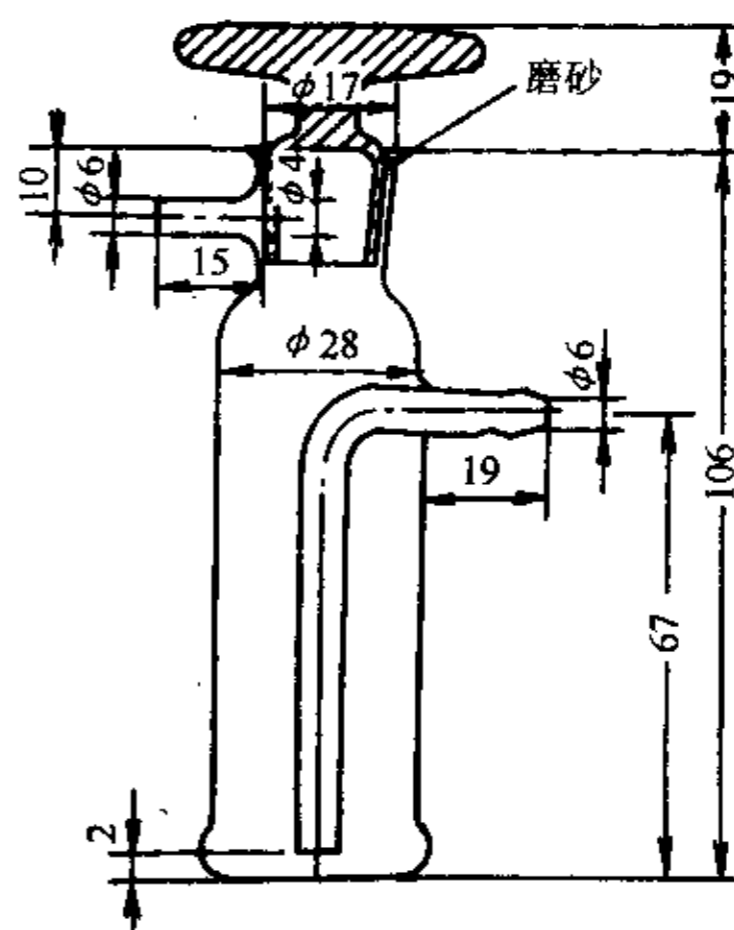


图 3 水吸收瓶

长钩:用低碳镍铬丝、耐热合金丝制成,用以推、拉瓷舟。

3. 分析步骤

将炉温升至所需温度(1200~1350℃)后,检查装置是否严密不漏气(将盛有试样的瓷舟置于瓷管内,塞紧瓷管橡皮塞,观察四联球中重铬酸钾—硫酸饱和溶液是否有回流现象,如有回流,表明仪器装置严密不漏气),接上水吸收瓶和二氧化碳吸收瓶,并顺次转开活塞^⑤,通氧(1000mm/min)空洗 3~5min^⑥,关闭氧气和 2 个吸收瓶的活塞,取下二氧化碳吸收瓶^⑦,置于干燥器中,用长钩将瓷舟拉出,待吸收瓶冷却至室温,称得重量后,装在原处即可进行试样分析^⑧。

称取试样^⑨,置于瓷舟中铺匀,如适量助熔剂^⑩,启开橡皮塞,将瓷舟放入瓷管内,用长钩推至高温处,立即塞紧橡皮塞,预热 20s 左右^⑪,然后依次转开水吸收瓶及二氧化碳吸收瓶活塞,使这 2 个吸收瓶和大气相通,立即转开供氧活塞,调节氧气流速(燃烧时通氧 1500mL/min),待试样燃烧完全^⑫,减速通氧(600~1000mL/min),吸收 5min 左右,关闭氧气和 2 个吸收瓶的活塞,取下二氧化碳吸收瓶,置于干燥器中,用长钩将瓷舟拉出^⑬,待吸收瓶冷却至室温,称重。

碳的百分含量按下式计算:

$$C(\%) = \frac{(W_2 - W_1) \times 0.2729}{W} \times 100$$

式中 W_1 ——吸收二氧化碳前吸收瓶的重量(g);

W_2 ——吸收二氧化碳后吸收瓶的重量(g);

W ——称样量(g);

0.2729——二氧化碳换算为碳的系数。

注:① 严重吸水和结块的碱石棉不宜作重量法定碳的吸收剂。

② 助熔剂加入量参照表:

加入量(g) / 名称 / 钢种	锡(粒、片)	铜或氧化铜	锡(粒、片) + 纯铁粉 (1+1)	氧化铜 + 纯铁粉 (1+1)	五氧化二钒 + 纯铁粉 (1+1)
生铁、碳钢及中、低合金钢	0.25~0.5	0.25~0.5	—	—	—
高合金钢、高温合金、精密合金	—	—	0.25~0.5	0.25~0.5	0.25~0.5

助熔剂中含碳量应不超过 0.005%。使用前应作空白值检查,并从分析结果中减去。

③ 如氧气质量不好,则将氧气通过 550℃ 氧化铜转化炉处理(即一般管式炉,瓷管中装氧化铜加热至 550℃),然后再通过碱石棉净化管。

④ 应避免与有机物接触,以防发生爆炸。

⑤ 操作时吸收瓶塞孔切勿开错,其塞上的小孔务必对准导出口,否则通氧气后,由于压力的增加,导致吸收瓶活塞蹦出,或使四联球中重铬酸钾溶液发生倒流。严重时不能继续工作,必须将装置和联结用的橡皮管更换,且要用标样检查。

⑥ 如系新装碱石棉吸收剂,应通氧 20~30min,称重后再通氧 3~5min,并重复 1~2 次,其前后二次差值,应小于 0.4mg(减轻重量超过此数较大时,说明有失水现象,不能使用)。然后分析二

次含碳量较高的试样,吸收称重,再分析标准试样,吸收正常后才可分析试样。

- ⑦ 当吸收瓶中碱石棉变白色的高度将近全部碱石棉高度三分之一时或每 10g 碱石棉吸收约 0.7g 二氧化碳时,必须更换新吸收剂。在安装碱石棉吸收瓶时,动作要迅速,否则会很快吸收空气中的二氧化碳和水分。吸收瓶装得好坏对分析结果有很大关系。如果底部玻璃棉铺得均匀,吸收时二氧化碳均匀地上升,吸收效果好,反之效果就差。
- ⑧ 连续分析试样时,可由后一次重量减去前一次重量的差,求得其含量。如果分析工作间断 20min 以上,应重新通氧空洗 3~5min,重新称得吸收瓶重量。碱石棉吸收瓶应严防高温和阳光直接照射,以防失重。
- ⑨ 称样参照表:

含量范围(%)	称样量(g)	含量范围(%)	称样量(g)
0.1~0.3	2.000	2.0~3.0	1.000~0.5000
0.3~2.0	1.000	3.0~5.0	0.5000~0.2500

- ⑩ 预热时注意观察四联球中重铬酸钾溶液近炉管液面上升至近弯管时,立即通氧气。
- ⑪ 可以观察四联球中重铬酸钾—硫酸溶液由缓慢跳动转为恒速跳动,表明试样已燃烧完全。
- ⑫ 应检查瓷舟,观察钢样燃烧情况,如燃烧不好(熔渣不平,断面有气孔),需重新称样测定。

二、气体容量法

1. 方法提要

试样置于高温炉中加热并通氧燃烧,使碳氧化成二氧化碳,混合气体经除流后收集于量气管中。然后以氢氧化钾溶液吸收其中的二氧化碳,吸收前后体积之差即为二氧化碳体积,由此计算碳含量。

适用范围:本法适用于生铁、铁粉、碳钢、合金钢、高温合金及精密合金。

测定范围: 0.10% ~ 2.0%。

2. 试剂与仪器

助熔剂^①: 锡粒(或锡片)、铜、氧化铜、五氧化二钒、纯铁粉。

氧气。

仪器^②装置(见图 4)。

氧气表: 附有流量计及缓冲阀。

洗气瓶: 3 个,其中(3)为空瓶。(4)内盛高锰酸钾—氢氧化钾洗液(称取 30g 氢氧化钾溶于 70mL 高锰酸钾饱和溶液中),装入量约占瓶高度的三分之一。(5)内盛硫酸(比重 1.84),装入量约占瓶高度的三分之一。

干燥塔: 上层装碱石棉(或碱石灰),下层装无水氯化钙,中间隔以玻璃棉,底部及顶端也铺以玻璃棉。

管式炉^③: 附热电偶与温度自动控制器。

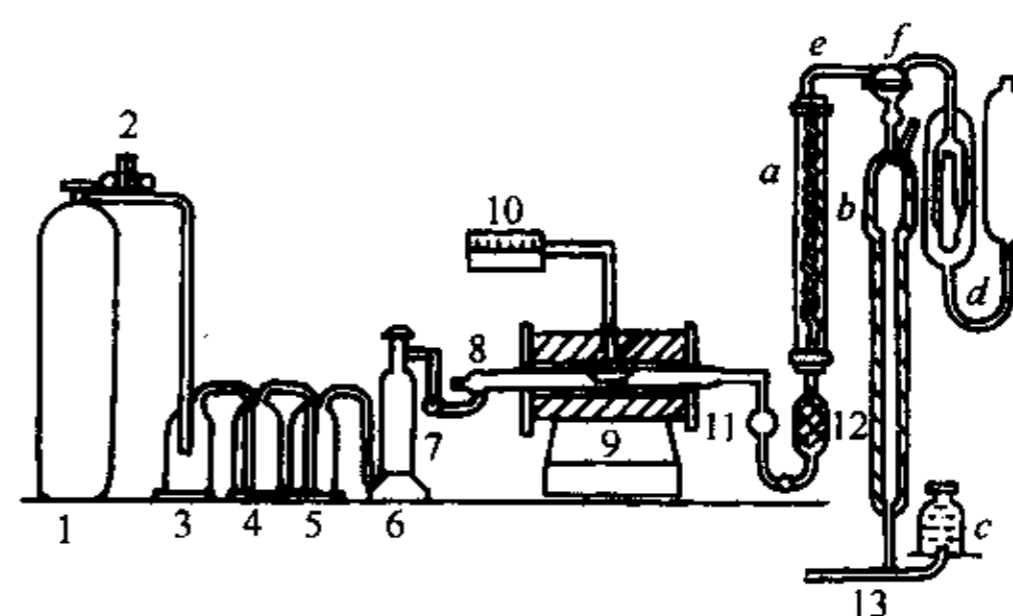


图 4

1—氧气瓶;2—氧气表;3—缓冲瓶;4、5—洗气瓶;6—干燥塔;7—供氧活塞;8—玻璃磨口塞;9—管式炉;10—温度自动控制器(或调压器);11—球形干燥管;12—除硫管;13—容量定碳仪(包括:蛇形管 a、量气管 b、水准瓶 c、吸收器 d、小活塞 e、三通活塞 f)

球形干燥管:内装干燥玻璃棉^④。

除硫管:直径10~15mm、长约100mm的玻璃管,内装4g颗粒活性二氧化锰(或粒状钒酸银),两端塞有脱脂棉。除硫剂失效时应重新更换^{④⑤}。

容量定碳仪^⑥零件及装置见仪器说明书。

瓷管:长600mm、内径23mm(亦可采用相近似规格的瓷管),使用时先检查是否漏气,然后分段灼烧。瓷管两端露出炉外部分长度不小于175mm,以便燃烧时管端仍是冷却的。粗口端连接玻璃磨口塞,锥形口端用橡皮管连接于球形干燥管。

瓷舟:长88或97mm,使用前须在1200℃管式炉中通氧灼烧2~4min,也可于1000℃高温炉中灼烧1h以上,冷却后贮于盛有碱石棉或碱石灰及无水氯化钙的未涂油脂的干燥器中备用。

长钩:用低碳镍铬丝、耐热合金丝制成,用以推、拉瓷舟。

3. 分析步骤

将炉温升至1200~1350℃^⑦,检查管路及活塞是否漏气,装置是否正常,燃烧标准样品,检查仪器及操作^⑧。

称取试样(含碳1.5%以下称0.5000~2.000g,1.5%以上称0.2000~0.5000g)置于瓷舟中,覆盖适量助熔剂^①,启开玻璃磨口塞(8),将瓷舟放入瓷管内,用长钩推至高温处,立即塞紧磨口塞,预热1min,根据定碳仪操作规程操作,测定其读数(体积或含量)。启开磨口塞,用长钩将瓷舟拉出^⑨,即可进行下一个试样分析^⑩。

碳的百分含量按下式计算^⑪:

(1) 当标尺的刻度是体积(mL)时:

$$C(\%) = \frac{A \times V \times f}{W} \times 100$$

式中 A——温度16℃、气压1013毫巴(mbar),封闭液面上每毫升二氧化碳中含碳重量(g)。用酸性水作封闭液时A值为0.0005000g。用氯化钠酸性溶液作封闭液时A值为0.0005022g;

V——吸收前与吸收后气体的体积差,即二氧化碳体积(mL);

f——温度、气压修正系数,采用不同封闭液时其值不同,见附录表1及表2;

W——称样量(g)。

(2) 当标尺的刻度是碳含量(例如上海产的定碳仪把25mL体积刻成含碳量为1.250%;沈阳产的定碳仪把30mL体积刻成含碳量为1.500%)时:

$$C(\%) = \frac{A \times X \times 20 \times f}{W} \times 100$$

式中 A、f、W——代表的意义与上式相同;

X——标尺读数(含碳量);

20——标尺读数(含碳量)换算成二氧化碳气体体积(mL)的系数(即 $\frac{25}{1.250}$ 或 $\frac{30}{1.500}$)。

注:① 助熔剂中含碳量一般不超过0.005%,使用前应作空白试验,并从分析结果中扣除。助熔剂加入量见碱石棉吸收重量法中注②。

- ② 定碳仪应装置在室温较正常的地方(距离高温炉约 300~500mm),避免阳光直接照射。
- ③ 高温加热设备也可用高频加热装置。
- ④ 更换水准瓶所盛溶液、玻璃棉、除硫剂、氢氧化钾溶液后,均应做几次高碳试样,使二氧化碳饱和后,方能进行操作。
- ⑤ 如分析含硫量高的试样(0.2%以上),应增加除硫剂量,或多增加一个除硫管。
- ⑥ 可用沈阳玻璃仪器厂或上海玻璃仪器厂生产的定碳仪。
量气管必须保持清洁,有水滴附着量气管内壁时,须用重铬酸钾洗液洗涤。
量气管中装酸性水[于 1000mL 硫酸(1+1000)中加数滴 0.1% 甲基橙溶液,使溶液呈淡红色,混匀]或氯化钠酸性溶液[称取 26g 氯化钠溶于 74mL 水中,加数滴 0.1% 甲基橙溶液,加硫酸(比重 1.84)至淡红色]。
- ⑦ 碳钢、低合金钢 1200℃,难熔合金 1350℃。
- ⑧ 吸收器及水准瓶内溶液的温度以及混合气体的温度,三者应基本相同,否则将产生正、负空白值。因此在测定前应通氧气重复做空白数次直至空白值稳定,方向进行试样分析。由于室温变化及工作过程引起冷凝管中水温变动,因此工作中须经常测空白,从结果中扣除。
- ⑨ 观察试样是否燃烧完全,如燃烧不完全须重新分析。
- ⑩ 如分析完高碳试样后,应空通一次,才能接着作低碳试样的分析。
- ⑪ 采用水银气压计时,气压值按下式校正。

$$P = P'(1 - 0.000163t - 0.0026\cos^2\varphi - 0.0000002H)$$

式中 P ——校正后的气压值(mbar);
 P' ——水银气压计测得的气压值(mbar);
 t ——水银气压计所在处温度(℃);
 φ ——水银气压计所在处纬度(度);
 H ——水银气压计所在处海拔高度(m)。

三、游离碳测定法

1. 方法提要

试样经酸溶解后,滤取游离碳,经碱洗、酸洗、水洗并烘干后,根据游离碳含量选择适当的测定方法测定游离碳。

适用范围:本法适用于生铁、碳钢。

测定范围:0.03%~5.0%。

2. 试剂与仪器

酸洗石棉:经 1000℃ 高温通氧处理后备用。

氢氟酸(比重 1.15)。

硝酸(1+1)。

盐酸(5+95)。

氢氧化钠溶液(5%)。

硝酸银溶液(1%):称取 1g 硝酸银溶于 100mL 硝酸(1+100)中。

古氏坩埚(20mL)。

瓷舟:长 97mm,需在 1000℃ 高温炉中灼烧 1h 以上,冷却,贮于盛有碱石棉或碱石灰及无水氯化钙不涂油的干燥器中备用。

3. 分析步骤

称取试样^①(随同试样做试剂空白)置于 250mL 烧杯中,加硝酸(1+1)^①,立即盖上表面皿,如溶解反应激烈,则将烧杯置于冷水浴中,溶解将近完毕时^②,用水冲洗并移去表面皿,加 1~2mL 氢氟酸(比重 1.15),加热溶解后煮沸 5min,加 100mL 热水,再煮沸 10min。

趁热用已铺好酸洗石棉的古氏坩埚减压过滤,先将上层的澄清液注于石棉滤层上,再将烧杯中的游离碳用热水以倾泻法洗涤 5~6 次,然后将所有的游离碳全部移至石棉滤层上,停止抽气。加 10mL 5% 氢氧化钠溶液,保持 4~5min 后再抽滤,用盐酸(5+95)洗 5~6 次,然后用热水洗涤游离碳及石棉滤层至无氯离子为止(可收集 2mL 滤液于试管中,加 1 滴 1% 硝酸银溶液检查)。

取下古氏坩埚,将石棉层及游离碳全部移至瓷舟内(附着于坩埚壁上的游离碳,可用小块石棉以玻璃棒或镊子将其擦出)。将瓷舟置于 120~140℃ 烘箱中干燥 30~45min,取出,根据游离碳含量,选择重量或容量法(燃烧温度控制在 1000℃)进行测定。减去试剂空白值后,计算游离碳的百分含量。

注:① 生铁及铸铁试样的称取,应按下法进行:将钻取的试样 100g,经 60 目筛及 100 目筛筛分(筛分时必须盖紧,避免石墨损失),使分为粗、中、细三部分,然后按三部分所占重量比例,称取相应的试样。

称取试样及加入试剂参照表:

含量范围 (%)	称样量 (g)	加硝酸(1+1) (mL)	含量范围 (%)	称样量 (g)	加硝酸(1+1) (mL)
0.03~0.05	7.000	80	0.5~1.0	1.000	30
0.05~0.2	4.000	60	1.0~3.0	0.3000	20
0.2~0.5	2.000	40	3.0~5.0	0.2000	20

对于片状或块状试样,硝酸(1+1)用量可按上表再补加 50% 的量。例如称取 2g 试样,加 40mL 硝酸(1+1),如块样则应增加至 60mL。

② 对粒度较大的试样,如较厚的片样或块样,应经常用平头玻璃棒将粒状物碾碎。

四、碳量允许差

含碳量 (%)	允许差 (%)	含碳量 (%)	允许差 (%)
0.0300~0.0500	0.0050	1.001~2.000	0.035
0.051~0.100	0.010	2.001~3.000	0.045
0.101~0.250	0.015	3.01~4.00	0.05
0.251~0.500	0.020	4.00 以上	0.07
0.501~1.000	0.025		

注:自本标准实施之日起 YB 35(2)—78 中气体容量法、碱石棉吸收重量法、游离碳(0.03%~4.0%)及 YB 945(6)—78 中气体容量法(0.1%~0.2%)作废。

此允许差仅为保证与判定分析结果的准确度而设,与其他部门不发生任何关系。在平行分析二份或二份以上试样时,所得之分析数据的极差值不超过所载允许差两倍者(即±允许差以内),均应认为有效,以求得平均值。

用标准试样校验时,结果偏差不得超过所载允许差。

(说明:气体容量法测定碳的温度、气压修正系数表未附,需要时另行去找)。

10. 《钢铁及合金中硫量的测定》GB 223.2—81

总则及一般规定按 GB 1467—78 执行。

一、氧化铝色层分离—硫酸钡重量法

1. 方法提要

试样在饱和溴水中用盐酸—硝酸溶解,高氯酸冒烟,过滤除去硅、钨、铌等,并通过活性氧化铝色层柱除去大部分干扰元素后,用稀氢氧化铵洗脱色层柱上的硫酸根,以硫酸钡重量法测定硫。

适用范围:本法适用于生铁、铁粉、碳钢、合金钢、高温合金和精密合金。

测定范围:0.003%以上。

2. 试剂与仪器

氢氟酸(比重 1.15)。

冰乙酸。

过氧化氢(比重 1.10)。

乙醇(95%)。

溴(99%以上):饱和溴水。

盐酸(1+1)、(1+20):优级纯。

高氯酸(比重 1.67)、(1+100):优级纯。

王水:盐酸(比重 1.19)+硝酸(比重 1.42)(3+1),用优级纯试剂配制。

硝酸银溶液(1%)。

氢氧化铵(1+13)、(1+139):优级纯。

硝酸铵溶液(0.1%)。

氯化钡溶液(10%):用慢速滤纸过滤后备用。

活性氧化铝:色层分离用,粒度小于 80 目。先用盐酸(1+11)浸泡数小时,再用清水漂洗 3~4 次,每次将经搅动后 20 秒钟未沉下的细粒倾去,沉下的备用。

甲基红(0.1%):乙醇溶液。

硫标准溶液:

称取 0.7467g 硫酸钾(优级纯,预先经 105℃ 烘至恒重),置于烧杯中,加水溶解后,移入 500mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1mL 相当于 2mg 硫酸钡。

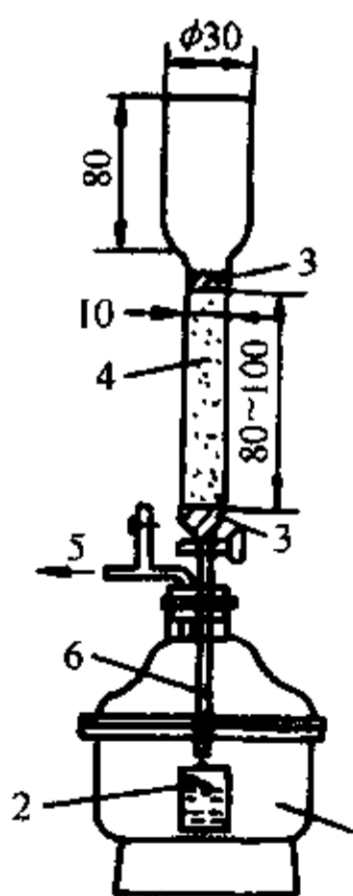


图 1

1—干燥器; 2—烧杯;
3—玻璃棉; 4—充装氧化铝;
5—接机械泵;
6—软塑料管