



中华人民共和国国家标准

GB/T 38939—2020

镍基合金 多元素含量的测定 火花放电 原子发射光谱分析法(常规法)

Nickel-based alloy—Determination of multi-element contents—Spark discharge
atomic emission spectrometric method(routine method)

2020-06-02 发布

2020-12-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国钢铁工业协会提出。

本标准由全国钢铁标准化技术委员会(SAC/TC 183)归口。

本标准起草单位:河钢集团有限公司、钢研纳克检测技术股份有限公司、中国航发北京航空材料研究院、浙江省特种设备科学研究院、宝山钢铁股份有限公司、宝钢特钢有限公司、上海材料研究所、中国科学院金属研究所、江阴市产品质量监督检验所、攀钢集团江油长城特殊钢有限公司、成都飞机工业(集团)有限责任公司、武钢钢铁有限公司、冶金工业信息标准研究院。

本标准主要起草人:刘洁、安治国、葛晶晶、任玲玲、贾云海、罗倩华、陈自斌。



镍基合金 多元素含量的测定 火花放电
原子发射光谱分析法(常规法)

1 范围

本标准规定了用火花放电原子发射光谱控制样品法测定碳、硅、锰、磷、硫、铬、铜、钼、钴、铝、铁、钛、硼、铌、钒、锆含量的分析方法。
本标准适用于镍基合金中表 1 界定的各元素含量的测定。

表 1 各元素的适用范围和定量范围

元素	适用范围(质量分数) %	定量范围(质量分数) %
C	0.005~0.25	0.01~0.15
Si	0.01~1.5	0.1~1.1
Mn	0.005~2.0	0.06~2.0
P	0.001~0.040	0.002~0.040
S	0.000 5~0.025	0.001~0.025
Cr	0.05~30	2~27
Cu	0.005~34	0.06~2.0 29~33
Mo	0.003~32	1.8~27
Co	0.01~20	0.06~13
Al	0.002~7.0	0.08~6.5
Fe	0.05~35	1.5~32
Ti	0.002~5.0	0.20~3.5
B	0.001~0.10	0.002~0.012
Nb	0.01~6.0	0.09~5.3
V	0.001~1.0	0.015~0.40
Zr	0.004~0.20	0.004~0.090
注：“定量范围”为经精密度试验验证过的各元素含量范围；“适用范围”为根据仪器检测能力确定的范围，其中未经精密度试验验证的含量段，实验室在测定该含量样品时，先进行方法确认。		

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6379.1 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第1部分:总则与定义

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第2部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

GB/T 14203 火花放电原子发射光谱分析法通则

GB/T 20066 钢和铁 化学成分测定用试样的取样和制样方法

3 原理

将制备好的块状样品在火花光源的作用下与对电极之间发生放电,在高温和惰性气氛中产生等离子体。被测元素的原子被激发时,电子在原子内不同能级间跃迁,当由高能级向低能级跃迁时产生特征谱线,测量选定的分析元素和内标元素特征谱线的光谱强度。根据样品中被测元素谱线强度(或强度比)与浓度的关系,通过校准曲线计算出各被测元素的初步含量。采用控制样品法,通过测量相近的标准样品/控制样品获得的结果来计算得出最终结果。用标准样品/控制样品中各元素的认证值和测量值之差进行校正。

4 试验条件

火花放电原子发射光谱仪放置的环境条件,应满足下列要求:

- 温度 18℃~30℃,在同一个标准化周期内,室内温度变化不超过 5℃;
- 相对湿度 20%~80%;
- 无电磁干扰及振动干扰。

5 试剂或材料

5.1 氩气,纯度(体积分数)不小于 99.995%。

5.2 有证标准物质/标准样品(CRM),用于校准或校准确认。

5.3 标准物质/标准样品(RM),用于标准化或方法统计过程控制(SPC)。当使用两点标准化时,其含量分别取每个元素校准曲线上限和下限附近的含量。

5.4 控制样品,与分析样品有相似的冶炼加工工艺和化学成分,用于对分析样品测定结果进行校正的样品。

6 仪器设备

6.1 火花放电原子发射光谱仪

6.1.1 组成

火花放电原子发射光谱仪可为真空型或充气型,主要由 6.1.2~6.1.7 规定的单元组成。

6.1.2 激发光源

激发光源为稳定的火花放电光源。

6.1.3 火花室

火花室应使用氩气而专门设计,火花室直接装在分光计上,设置 1 个氩气冲洗火花架,以放置平

面样品和棒状对电极。火花室的氩气气路应能置换分析间隙和聚光镜之间光路中的空气,并为分析间隙提供氩气气氛。

6.1.4 氩气系统

氩气系统主要包括氩气容器、两级压力调节器、气体流量计和能够按照分析条件自动改变氩气流量的时序控制部分。

氩气系统中氩气的纯度不应小于 99.995%,为保证纯度,可使用氩气净化装置,火花室内氩气的压力和流量应保持恒定。

注:氩气的纯度及流量对分析测量值有很大的影响。

6.1.5 对电极

不同型号设备使用不同的对电极。宜使用直径为 4 mm~8 mm,顶端加工为 30°~120°的圆锥形钨棒,其纯度应大于 99%。每个实验室可根据具体情况确定更换电极的时间。

6.1.6 光学系统

分光计的一级光谱线色散的倒数应小于 0.6 nm/mm,焦距为 0.4 m~1.0 m,波长范围为 165.0 nm~520.0 nm,分光计的真空度应在 3 Pa 以下工作,或充入纯度不低于 99.995%的高纯氮气或氩气。

6.1.7 测光系统

测光系统应包括接收信号的光电倍增管(或其他光电转换装置)、能储存每一个输出的电信号的积分电容器、直接或间接记录电容器上电压的测量单元和为所需要的时序而提供的必要的开关电路装置。

6.2 样品制备装置

研磨设备可采用砂轮机、砂纸磨盘或砂带研磨机,也可采用铣床、车床等。

样品宜采用 0.42 mm~0.18 mm(40 目~80 目)或更细的氧化铝(见注)砂带或砂轮进行制备。也可使用其他方法处理(如铣削)。

注:使用碳化硅砂纸和氧化铝砂纸会分别影响低含量硅和锆的测定,低含量铝测定时存在被氧化铝砂纸污染的可能性。

7 样品

7.1 取样

按照 GB/T 20066 的规定取样和制样。由熔融状态取样时,应保证试样均匀、无缩孔和裂纹。从铸锭、铸件、加工产品上取样时,应从具有代表性的部位取样。

7.2 样品的制备

分析样品应直径大于 20 mm,厚度大于 5 mm,并保证样品表面平整、洁净。

标准样品、控制样品和分析样品应在同一条件下制备,不得过热。

8 试验步骤

8.1 仪器的准备

8.1.1 电源

为保证仪器的稳定性,电源电压变化应在 $\pm 10\%$ 以内,频率变化不应超过 $\pm 2\%$ 。应保证交流电源

为正弦波。根据仪器使用要求,配备专用地线。

8.1.2 对电极

对电极应定期清理、更换并用定距规调整分析间隙的距离,使其保持正常工作状态。

8.1.3 光学系统

聚光镜应定期清理,光路应定期描述。

8.1.4 测光系统

为使测光系统工作稳定,在使用前应预先通电。较长时间停机后,应按仪器使用说明书通电稳定。

8.2 分析条件

推荐的分析条件见表 2,分析线与内标线见表 3。

表 2 推荐的分析条件

项目	内容
分析间隙	3 mm~6 mm
氩气(5.1)流量	冲洗:3 L/min~15 L/min 积分:2.5 L/min~10 L/min 静止:0.5 L/min~1 L/min
预燃时间	5 s~20 s
积分时间	5 s~20 s
放电形式	预燃期高能放电,积分期低能放电
注:通过制作预燃曲线选择分析元素的适当预燃时间。积分时间是以分析精度为基础进行试验确定的。	

表 3 推荐的内标线和分析线

元素	波长 nm	可能干扰的元素
Ni	243.79(内标线) 471.57(内标线)	
C	193.09	Mo、Co、Cr、Cu、Fe、Nb、V、Al、W
Si	212.41 288.16 288.24	Mo、Cu、Fe、Mn、Cr Cr、Mo、Fe、Al、Co Cr、W、Mo、Sn、Ta
Mn	293.31 293.39 482.35	Cr、Cu、Fe、Mo Cr、Si、Fe、Mo Cr、W、Fe、Mo、V
P	178.29	Co、Mo、Nb、W、Cr、Cu
S	180.73	Cr、Mo、Mn、Nb、Fe、Co、V

表 3 (续)

元素	波长 nm	可能干扰的元素
Cr	267.72	Mo, Fe
	267.80	
	298.92	Co, Ti, Mo, Fe
	299.01	Mo, Fe
Cu	200.03	Fe, Nb
	224.26	Si, Cr, Nb, Mo, Ti
	327.40	Cr, Mo, V, Fe
	327.49	Ti, Nb, Fe
	510.70	Fe, Al
Mo	202.10	Co
	281.61	Cr, Fe
	290.91	Cr, Fe
	290.99	Nb, Fe
	369.26	Cr, Mn
	481.92	Cr, Fe, Ti
Co	228.62	Cr, Mo, Fe, Nb, Al, W
	258.03	Cr, Fe, W, Nb
	258.11	Fe
	345.45	Cr, Fe
Al	394.40	Cr, Cu, Ti, Nb, Fe, Co
	394.51	Fe, Cu, Co, Nb, Ta
	396.15	Mo, Fe
Fe	273.07	Al, Mo, Ti, Cr, Nb, Co, W
	273.15	Cr, Mo
	371.99	Cr, Mo
	372.09	Cr, Mo
Ti	337.28	Co, Cr, Fe, Nb, Al
	337.38	Cu
B	182.64	Mo, Mn, Cr, Fe, S, W
Nb	313.17	Ti, Co
	319.50	Ti, Co, Cr, Mo, Fe
	410.09	Fe
	410.21	
V	288.33	
	311.07	Cr, Fe, Nb, Mo, Mn, Ti
	438.05	W

表 3 (续)

元素	波长 nm	可能干扰的元素
Zr	339.20 343.82 349.62 349.72	Fe、Co、Cu

8.3 测量

8.3.1 测量前的准备

分析前,先用一块样品,激发 5 次~10 次,排出残留在管路中空气,确认仪器处于最佳工作状态。

8.3.2 校准曲线的绘制

在所选定的工作条件下,激发一系列标准样品(5.2),每个样品至少激发 3 次,以每个待测元素相对强度的平均值对标准样品中该元素与内标元素的浓度比绘制校准曲线。当基体和干扰元素对测量结果有影响时,应进行基体校正和干扰元素校正。

校准曲线应覆盖被测元素的分析范围,且在每个被测元素的分析范围之内至少应有 3 个标准样品。若仪器有相应元素测定范围的校准曲线时,可省略此步骤。分析试样前,直接进行标准化。

8.3.3 标准化

按仪器厂商的推荐,在开始分析前或发现仪器读数出现漂移时,应进行标准化。在所选定的工作条件下,激发标准样品(5.3),每个样品至少激发 3 次,对校准曲线进行校正。

当确认显示读数超出了统计控制时,应对仪器进行标准化。校正的时间间隔取决于仪器的稳定性。仪器出现重大改变或原始校准曲线因漂移超出校正范围时,应重新绘制校准曲线。

8.3.4 校准的确认

至少激发一个标准样品(5.2)对标准化或校准曲线进行确认。如不能满足要求,应重新进行标准化或重新绘制校准曲线。

8.3.5 类型标准化

8.3.5.1 控制样品的选择

为消除校准没有覆盖所有不同种类镍基合金的影响或改善(减小)报告值的不确定度,可使用控制样品(5.4)对试样进行类型标准化校正。可通过同时测量待测样品及同种类已知含量的类型标准化样品,对待测样品的含量进行修正计算。

控制样品应与待测样品含量接近,可使用下列原则:

- 对于含量大于 10% 的元素,待测样品与控制样品含量相差应小于 20%;
- 对于含量小于 10% 且大于 1% 的元素,待测样品与控制样品含量相差应小于 30%;
- 对于含量小于 1% 的元素,待测样品与控制样品含量相差应小于 50%。

8.3.5.2 对控制样品测量结果的精密度要求

在进行类型标准化时,控制样品应至少激发 3 个点,测量结果应满足第 11 章规定的测量精密度的要求。

8.3.5.3 对控制样品测量结果的正确度要求

当控制样品的类型标准化符合上述要求时,再用控制样品对类型标准化进行确认。测量结果与认证值的相对误差可使用下列原则:

- a) 对于含量大于 10% 的元素,测量结果与认证值的相对误差应不大于 1%;
- b) 对于含量小于 10% 且大于 5% 的元素,测量结果与认证值的相对误差应不大于 1.5%;
- c) 对于含量小于 5% 且大于 1% 的元素,测量结果与认证值的相对误差应不大于 2%;
- d) 对于含量小于 1% 且大于 0.1% 的元素,测量结果与认证值的相对误差应不大于 3%;
- e) 对于含量小于 0.1% 且大于 0.01% 的元素,测量结果与认证值的相对误差应不大于 5%;
- f) 对于含量小于 0.01% 的元素,测量结果与认证值的相对误差应不大于 20%。

当不满足 a)~f) 时,应重新进行类型标准化并确认。

实验室应根据统计分析结果确定对类型标准化确认的频次。

8.3.6 样品分析

按选定的工作条件激发待测样品和控制样品,对控制样品的要求应符合 8.3.5.1~8.3.5.3 的规定。每个待测样品至少激发 2 次,得到两次独立测量结果,取平均值。

9 试验数据处理

根据分析线对的相对强度,从校准曲线上求出分析元素的含量。通过测量相近的标准样品/控制样品获得的结果来计算得出最终结果。用标准样品/控制样品中各元素的认证值和测量值之差进行校正。具体校正方式参见附录 A。如使用类型标准化程序,所得待测样品的测量值是已经过校正的,不需要再进行手动校正。

10 精密度

精密度试验是 2019 年由 11 个实验室对镍基合金中 16 个元素的 4~10 个水平进行测定,试验采用控制样品法,使用了 33 块具有不同含量水平的镍基合金样品进行配对,共组成 19 对样品,所用试验样品及控制样品信息参见附录 B 的表 B.1。按照 GB/T 6379.1 规定的重复性条件下,每个实验室对每个水平的元素含量测定 2 次。

按 GB/T 6379.2 的规定对得到的结果进行统计处理,统计结果参见表 B.2~表 B.17,各元素的含量与试验结果的重复性限 r 和再现性限 R 的函数关系式见表 4。

表 4 精密度数据

元素	含量(质量分数) w %	重复性限 r %	再现性限 R %
C	0.01~0.15	$\lg r = 0.687\ 7\ \lg w - 1.795\ 4$	$\lg R = 0.601\ 8\ \lg w - 1.312\ 6$
Si	0.1~1.1	$\lg r = 0.484\ 3\ \lg w - 1.814\ 2$	$\lg R = 0.638\ 7\ \lg w - 1.138\ 9$

表 4 (续)

元素	含量(质量分数) w %	重复性限 r %	再现性限 R %
Mn	0.06~2.0	$\lg r = 0.843\ 1\ \lg w - 1.838\ 6$	$\lg R = 0.692\ 9\ \lg w - 1.176\ 7$
P	0.002~0.040	$\lg r = 0.266\ 9\ \lg w - 2.803\ 3$	$\lg R = 0.371\ 3\ \lg w - 1.985\ 7$
S	0.001~0.025	$\lg r = 0.809\ 8\ \lg w - 1.482\ 4$	$\lg R = 0.711\ 3\ \lg w - 1.303\ 1$
Cr	2~27	$\lg r = 0.628\ 0\ \lg w - 1.540\ 0$	$\lg R = 0.450\ 4\ \lg w - 0.979\ 6$
Cu	0.06~2.0	$\lg r = 0.726\ 0\ \lg w - 1.626\ 2$	$\lg R = 0.669\ 6\ \lg w - 1.060\ 5$
	29~33	$r = 0.23$	$R = 0.75$
Mo	1.8~27	$\lg r = 0.835\ 6\ \lg w - 1.804\ 2$	$\lg R = 0.828\ 3\ \lg w - 1.315\ 4$
Co	0.06~13	$\lg r = 0.715\ 8\ \lg w - 1.969\ 3$	$\lg R = 0.605\ 2\ \lg w - 1.117\ 5$
Al	0.08~6.5	$\lg r = 0.753\ 8\ \lg w - 1.509\ 7$	$\lg R = 0.869\ 0\ \lg w - 1.185\ 4$
Fe	1.5~32	$\lg r = 0.499\ 7\ \lg w - 1.429\ 6$	$\lg R = 0.633\ 2\ \lg w - 1.053\ 9$
Ti	0.20~3.5	$\lg r = 0.703\ 5\ \lg w - 1.717\ 2$	$\lg R = 0.493\ 7\ \lg w - 1.154\ 0$
B	0.002~0.012	$r = 0.044\ 8w + 0.000\ 1$	$R = 0.172\ 1w + 0.000\ 5$
Nb	0.09~5.3	$\lg r = 1.010\ 0\ \lg w - 1.850\ 1$	$\lg R = 0.509\ 2\ \lg w - 1.280\ 5$
V	0.015~0.40	$\lg r = 0.615\ 4\ \lg w - 2.127\ 7$	$\lg R = 0.563\ 5\ \lg w - 1.389\ 2$
Zr	0.004~0.090	$\lg r = 0.767\ 3\ \lg w - 1.668\ 8$	$\lg R = 0.384\ 8\ \lg w - 1.749\ 6$

重复性限 r 、再现性限 R 按表 4 给出的方程求得。

在重复性条件下,获得的两次独立测量结果的绝对差值不大于重复性限 r ,以大于重复性限 r 的情况不超过 5%为前提。

在再现性条件下,获得的两次独立测量结果的绝对差值不大于重复性限 R ,以大于再现性限 R 的情况不超过 5%为前提。

11 测量结果的可接受性及最终报告结果的确定

11.1 在重复性条件下,当两个独立测量结果之差的绝对值不大于 r 时,可接受该两个测量结果。最终报告结果为两个独立测量结果的算术平均值。

11.2 在重复性条件下,当两个独立测量结果之差的绝对值大于 r 时,实验室应再测量 1 个或 2 个结果。

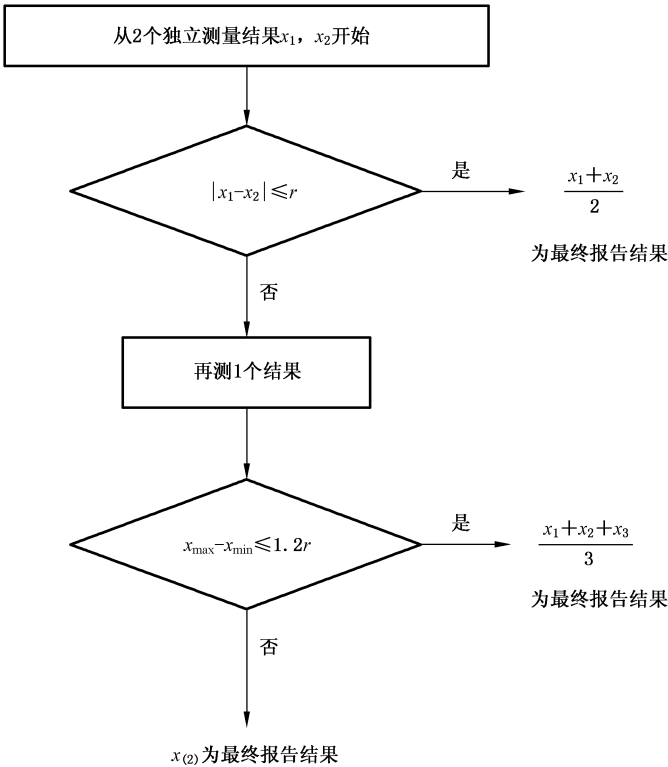
由下面两种情形之一来确定最终报告结果:

a) 当两个独立测量结果之差的绝对值大于 r 时,再测量 1 个结果:

——当 3 个独立测量结果的极差($x_{\max} - x_{\min}$)不大于 $1.2r$ 时,取 3 个独立测量结果的平均值作为最终报告结果;

——当 3 个独立测量结果的极差大于 $1.2r$ 时,取 3 个测量结果的中位值作为最终报告结果。

此过程可用图 1 表示。

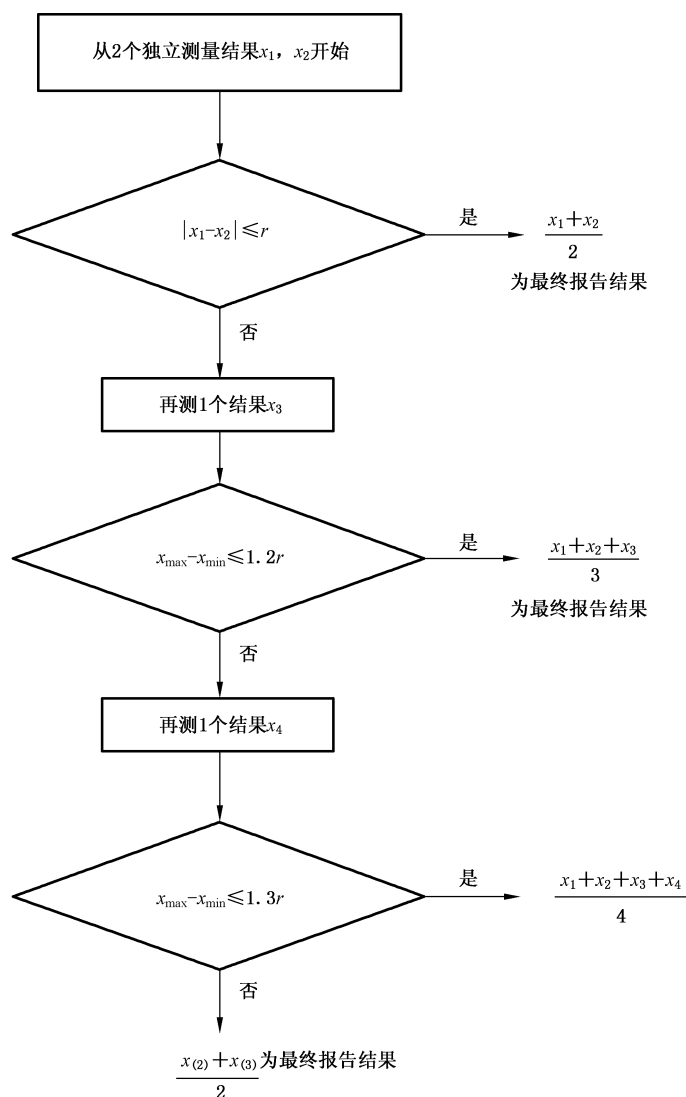


说明:
 $x_{(2)}$ ——排序第二小的测量结果。

图 1 再测量 1 个结果的测量结果可接受性检查方法流程图

- b) 当两个独立测量结果之差的绝对值大于 r 时,再测量 1 个或 2 个结果:
- 当 3 个独立测量结果的极差不大于 $1.2r$ 时,取 3 个独立测量结果的平均值作为最终报告结果;
 - 当 3 个独立测量结果的极差大于 $1.2r$ 时,再测 1 个结果;
 - 当 4 个独立测量结果的极差不大于 $1.3r$ 时,取 4 个测量结果的平均值作为最终报告结果;
 - 当 4 个独立测量结果的极差大于 $1.3r$ 时,则剔除 4 个测量结果的最大值和最小值,取中位值(中间两个值平均)作为最终报告结果。
- 此过程可用图 2 表示。





说明：

$x_{(2)}$ —— 排序第二小的测量结果；

$x_{(3)}$ —— 排序第三小的测量结果。

图 2 再测量 1 个或 2 个结果的测量结果可接受性检查方法流程图

12 实验室测量结果正确度判定

按 GB/T 14203 的规定,对测量结果的正确度进行判定。在重复性条件下,一个实验室测量标准样品,得到了两个独立测量结果,其算术平均值 \bar{x} 与认证值 μ_0 进行比较。在 95% 的置信水平下, $|\bar{x} - \mu_0|$ 的临界差 $CD_{0.95}$ 按式(1)计算:

$$CD_{0.95} = \frac{1}{\sqrt{2}} \sqrt{R^2 - r^2/2} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

R —— 再现性限;

r —— 重复性限。

当标准样品的不确定度 U 不可忽略时, $|\bar{x} - \mu_0|$ 的临界差为 $\sqrt{CD_{0.95}^2 + U^2}$ 。

13 试验报告

试验报告应当包括下列内容:

- a) 识别样品、实验室和试验日期所需的全部资料;
- b) 本标准编号, GB/T 38939—2020;
- c) 结果及其表示;
- d) 使用的分析线;
- e) 测定中发现的异常现象;
- f) 对结果可能已产生影响的本标准中未作规定的各种操作或任选的操作。

附 录 A
(资料性附录)
试验结果校正示例

试验结果校正方式分为平移校正和转动校正两种。各实验室检测中可依据实际情况选择平移校正或转动校正方式。试验结果校正示例见表 A.1 和表 A.2。

表 A.1 平移校正示例 %

元素	标准样品/控制样品		差值 ΔC	未知样品测量值	未知样品修正值
	认证值	测量值			
Si	0.50	0.49	0.01	0.44	0.45
Mn	1.10	1.12	−0.02	1.07	1.05
Cr	21.13	21.32	−0.19	22.24	22.05

表 A.2 转动校正示例 %

元素	标准样品/控制样品		校正系数	未知样品测量值	未知样品修正值
	认证值	测量值			
P	0.005 7	0.004 7	1.212 8	0.003 0	0.003 6
S	0.023	0.015	1.533 3	0.022	0.034
V	0.033	0.042	0.785 7	0.025	0.020

附录 B
(资料性附录)
精密度试验附加信息

2019 年由 11 家实验室对 C、Si、Mn、P、S、Cr、Mo、Co、Al、Ti、B、Nb、V、Zr、Fe、Cu 16 个元素的 4 个~10 个水平进行测定,所用样品及其各化学成分的含量(质量分数)列于表 B.1,实验室间共同试验结果列于表 B.2~表 B.17。

表 B.1 精密度试验样品及控制样品

序号	类型	名称	编号	C	Si	Mn	P	S	Cr	Cu	Mo	Nb	Ti	Al	Fe	Zr	Co	B	V
1	试验样品	28X6252	1 #		0.559	0.276		0.013 8	21.08	0.483	9.23	3.96	0.21	0.257	3.72		0.262		
	控制样品	28X6255	20 #		0.591	0.23		0.016	19.41	0.686	8.05	4.11	0.413	0.35	1.88		0.239		
2	试验样品	IARM69C/G	2 #	0.068	0.35	0.47	0.011	0.000 5	21.6	0.069	8.32	0.09		0.11	18.3	0.004	1.11	0.003 4	0.033
	控制样品	IARM69D/G	21 #	0.09	0.63	0.72	0.012	0.000 3	21.13	0.075	8.78	0.204		0.21	17.7	0.007 4	1.67	0.004 4	0.033
3	试验样品	IMZ181	3 #	0.15					8.36				1.04	5.61	0.071	0.032	10.02	0.014	
	控制样品	IMZ187	22 #	0.109					8.78				2.31	4.9	0.053	0.029	9.7	0.015 9	
4	试验样品	IMZ183	4 #	0.1					15.87		1.81		3.34	3.51		0.03	8.32	0.010	
	控制样品	IMZ187	22 #	0.109					8.78		1.82		2.31	4.9		0.029	9.7	0.015 9	
5	试验样品	27X14387	5 #		0.28	0.27			20.2		10.8						10		
	控制样品	27X14184	23 #		0.41	0.4			21.8		10.7						10.5		
6	试验样品	BS825E	6 #	0.01	0.24	0.51			21.87	1.72	2.74		0.82	0.08	31.45			0.002 5	0.049
	控制样品	BS825F	24 #	0.012	0.59	0.521			23.2	1.78	3.19		0.91	0.081	30.7			0.002 3	0.086
7	试验样品	BS925	7 #			0.5			20.82	1.74	3				26.92			0.002 0	
	控制样品	BS825F	24 #			0.521			23.2	1.78	3.19				30.7			0.002 3	
8	试验样品	BS625A	8 #			0.068		0.000 49	21.71		9.23	3.6	0.287	0.215	3.06		0.066		0.015 1
	控制样品	BS625C	25 #			0.069		0.000 5	22.36		8.74	3.55	0.259	0.2	3.86		0.043		0.018

表 B.1 (续)

%

序号	类型	名称	编号	C	Si	Mn	P	S	Cr	Cu	Mo	Nb	Ti	Al	Fe	Zr	Co	B	V
9	试验样品	HGGY-03-01	9#	0.036 9	0.146	0.1	0.005 7		19.66	0.09	2.97	5.29	1.01	0.7	16.2		0.192	0.003 9	0.028
	控制样品	BS718D	26#	0.037	0.072	0.1	0.008 3		18.32	0.071	3	5.16	0.93	0.631	18.51		0.368	0.004 1	0.038
10	试验样品	IARM357A	10#		0.458	1.63	0.013		27	0.81	3.48								0.091
	控制样品	379-1	27#		0.393	1.804	0.016 6		26.79	0.984	3.29								0.066 3
11	试验样品	B.S.617	11#					0.001 0		0.062							12.42		
	控制样品	210X11979	28#					0.001 9		0.07							14.32		
12	试验样品	K418C(621)	12#	0.136					13.17		4.41	2.2	0.766	6.28		0.092		0.011 6	
	控制样品	K418C(钢研纳克)	29#	0.14					13.1		4.7	2.16	0.79	6.3		0.091		0.009 2	
13	试验样品	BS500E	13#	0.134	0.148	0.605	0.002 2			29.9								0.001 7	
	控制样品	BS400D	30#	0.13	0.146	0.993	0.001			33								0.000 9	
14	试验样品	BS405A	14#	0.051	0.15	1.9			0.009 9	32.1					1.51				
	控制样品	212X4002	31#	0.036 9	0.09	1.68			0.084	32.41					1.022				
15	试验样品	215X HB3	15#			0.61			2.35					0.23					
	控制样品	IARM257A	32#			0.63			1.57		28			0.34					
16	试验样品	BSH1C	16#			0.51	0.004 9		0.7		27.2								
	控制样品	IARM257A	32#			0.63	0.004		1.57		28								
17	试验样品	215X HB4	17#	0.079		0.666		0.013			27.59				7.02		1.71		
	控制样品	215X HB3	15#	0.069		0.61		0.015 6							6.23		1.03		
18	试验样品	215X HB5	18#		1.05		0.038	0.011 3											0.136
	控制样品	215X HB4	17#		1.02		0.036	0.013											0.115
19	试验样品	215X HC3	19#	0.102		0.698		0.024 5	17.48		18				5.02				0.404
	控制样品	215X HC4	33#	0.15		0.55		0.025	17.9		17.4				5.85				0.48

注：精密度试验共使用 33 块样品，其中试验样品 19 块，17 块为国外标准样品，其他 2 块分别为河钢集团钢研总院、中国航发北京航空材料研究院提供的内控样品；控制样品为 16 块，15 块为钢研纳克检测技术股份有限公司内控样品。

表 B.2 C 的实验室间试验所得结果 %

编号	样品	认证值(质量分数)	测量值(质量分数)	精密度(质量分数)	
				重复性限 <i>r</i>	再现性限 <i>R</i>
6	BS825E	0.01	0.009 23	0.000 7	0.003 9
9	HGGY-03-01	0.036 9	0.038 4	0.001 9	0.004 7
14	BS405A	0.051	0.048 4	0.001 9	0.005 3
2	IARM69C/G	0.068	0.069 0	0.002 2	0.011 5
17	215X HB4	0.079	0.079 7	0.002 4	0.007 9
4	IMZ183	0.1	0.094 0	0.003 1	0.014 6
19	215X HC3	0.102	0.104	0.002 5	0.014 7
13	BS500E	0.134	0.136	0.004 5	0.013 9
3	IMZ181	0.15	0.150	0.006 1	0.020 3

表 B.3 Si 的实验室间试验所得结果 %

编号	样品	认证值(质量分数)	测量值(质量分数)	精密度(质量分数)	
				重复性限 <i>r</i>	再现性限 <i>R</i>
13	BS500E	0.148	0.134	0.007 1	0.023 8
14	BS405A	0.15	0.153	0.004 9	0.023 6
5	27X14387	0.27	0.331	0.011 2	0.020 4
10	IARM357A	0.458	0.468	0.007 3	0.051 5
1	28X6252	0.559	0.588	0.013 3	0.056 8
18	215X HB5	1.05	1.056	0.016 7	0.082 2

表 B.4 Mn 的实验室间试验所得结果 %

编号	样品	认证值(质量分数)	测量值(质量分数)	精密度(质量分数)	
				重复性限 <i>r</i>	再现性限 <i>R</i>
8	BS625A	0.068	0.065 1	0.001 3	0.009 4
9	HGGY-03-01	0.1	0.103	0.002 8	0.010 5
5	27X14387	0.27	0.277	0.006 9	0.037 7
2	IARM69C/G	0.47	0.461	0.006 5	0.045 1
16	BSH1C	0.51	0.504	0.008 9	0.050 3
6	BS825E	0.51	0.501	0.006 0	0.041 0
15	215X HB3	0.61	0.592	0.006 3	0.057 1
19	215X HC3	0.698	0.701	0.010 1	0.038 1
10	IARM357A	1.63	1.603	0.030 0	0.087 6
14	BS405A	1.9	1.914	0.025 5	0.088 3

表 B.5 P 的实验室间试验所得结果

%

编号	样品	认证值(质量分数)	测量值(质量分数)	精密度(质量分数)	
				重复性限 r	再现性限 R
13	BS500E	0.002 2	0.002 22	0.000 3	0.001 1
9	HGGY-03-01	0.005 7	0.005 91	0.000 4	0.001 8
2	IARM69C/G	0.011	0.011 6	0.000 5	0.001 7
10	IARM357A	0.013	0.015 3	0.000 5	0.001 8
18	215X HB5	0.038	0.039 6	0.000 7	0.003 7

表 B.6 S 的实验室间试验所得结果

%

编号	样品	认证值(质量分数)	测量值(质量分数)	精密度(质量分数)	
				重复性限 r	再现性限 R
11	B.S.617	0.001	0.000 92	0.000 1	0.000 4
18	215X HB5	0.011 3	0.011 7	0.000 7	0.001 7
17	215X HB4	0.013	0.012 2	0.001 0	0.002 2
19	215X HC3	0.024 5	0.024 4	0.002 1	0.004 1

表 B.7 Cr 的实验室间试验所得结果

%

编号	样品	认证值(质量分数)	测量值(质量分数)	精密度(质量分数)	
				重复性限 r	再现性限 R
15	215X HB3	2.35	2.323	0.050 1	0.148 5
3	IMZ181	8.36	8.322	0.110 0	0.282 2
12	K418C(621)	13.17	12.982	0.131 0	0.336 7
19	 215X HC3	17.48	17.474	0.180 4	0.326 7
9	HGGY-03-01	19.66	19.771	0.191 0	0.389 2
5	27X14387	20.2	20.293	0.186 3	0.446 1
7	BS925	20.82	20.787	0.200 1	0.527 2
2	IARM69C/G	21.6	21.691	0.176 6	0.431 0
8	BS625A	21.71	21.751	0.205 6	0.426 1
10	IARM357A	27	26.874	0.250 6	0.370 4

表 B.8 Cu 的实验室间试验所得结果 %

编号	样品	认证值(质量分数)	测量值(质量分数)	精密度(质量分数)	
				重复性限 <i>r</i>	再现性限 <i>R</i>
2	IARM69C/G	0.069	0.066 2	0.003 3	0.014 4
9	HGGY-03-01	0.09	0.086	0.003 8	0.016 2
1	28X6252	0.483	0.486	0.013 9	0.053 6
10	IARM357A	0.81	0.811	0.026 0	0.080 7
6	BS825E	1.72	1.724	0.029 3	0.119 5
13	BS500E	29.9	29.662	0.228 9	0.648 8
14	BS405A	32.1	32.097	0.229 9	0.859 6

表 B.9 Mo 的实验室间试验所得结果 %

编号	样品	认证值(质量分数)	测量值(质量分数)	精密度(质量分数)	
				重复性限 <i>r</i>	再现性限 <i>R</i>
4	IMZ183	1.81	1.786	0.019 7	0.116 8
6	BS825E	2.74	2.761	0.035 1	0.129 5
9	HGGY-03-01	2.97	2.979	0.046 0	0.060 3
7	BS925	3	3.045	0.045 8	0.169 3
10	IARM357A	3.48	3.496	0.049 2	0.094 4
2	IARM69C/G	8.32	8.401	0.085 5	0.270 7
5	27X14387	10.8	10.639	0.120 8	0.395 7
19	215X HC3	18	18.396	0.165 6	0.591 5
16	BSH1C	27.2	27.359	0.248 5	0.736 8

表 B.10 Co 的实验室间试验所得结果 %

编号	样品	认证值(质量分数)	测量值(质量分数)	精密度(质量分数)	
				重复性限 <i>r</i>	再现性限 <i>R</i>
8	BS625A	0.066	0.062 6	0.002 3	0.012 7
9	HGGY-03-01	0.192	0.215	0.003 3	0.033 1
2	IARM69C/G	1.11	1.107	0.005 7	0.079 3
17	215X HB4	1.71	1.715	0.013 3	0.126 8
5	27X14387	10	10.016	0.063 1	0.182 3
3	IMZ181	10.02	10.018	0.052 0	0.334 6
11	B.S.617	12.42	12.507	0.103 5	0.474 3

表 B.11 Al 的实验室间试验所得结果

%

编号	样品	认证值(质量分数)	测量值(质量分数)	精密度(质量分数)	
				重复性限 r	再现性限 R
6	BS825E	0.08	0.082 4	0.009 5	0.013 4
9	HGGY-03-01	0.7	0.731	0.014 4	0.045 5
8	BS625A	0.215	0.224	0.004 3	0.009 8
1	28X6252	0.257	0.294	0.015 8	0.018 5
4	IMZ183	3.51	3.486	0.105 0	0.302 9
3	IMZ181	5.61	5.521	0.142 3	0.265 8
12	K418C(621)	6.28	6.381	0.114 8	0.304 5

表 B.12 Fe 的实验室间试验所得结果

%

编号	样品	认证值(质量分数)	测量值(质量分数)	精密度(质量分数)	
				重复性限 r	再现性限 R
14	BS405A	1.51	1.529	0.043 9	0.117 8
8	BS625A	3.06	3.055	0.066 1	0.188 1
19	215X HC3	5.02	4.976	0.098 4	0.234 4
9	HGGY-03-01	16.2	16.201	0.089 8	0.430 1
2	IARM69C/G	18.3	18.372	0.190 4	0.564 6
7	BS925	26.92	26.895	0.228 7	0.783 2
6	BS825E	31.45	31.475	0.212 1	0.818 6

表 B.13 Ti 的实验室间试验所得结果

%

编号	样品	认证值(质量分数)	测量值(质量分数)	精密度(质量分数)	
				重复性限 r	再现性限 R
1	28X6252	0.21	0.203	0.009 4	0.042 6
8	BS625A	0.287	0.291	0.006 1	0.030 4
6	BS825E	0.82	0.809	0.008 5	0.079 0
9	HGGY-03-01	1.01	0.996	0.025 3	0.035 0
3	IMZ181	1.04	1.079	0.023 2	0.092 4
4	IMZ183	3.34	3.399	0.051 1	0.152 0

表 B.14 B 的实验室间试验所得结果 %

编号	样品	认证值(质量分数)	测量值(质量分数)	精密度(质量分数)	
				重复性限 <i>r</i>	再现性限 <i>R</i>
13	BS500E	0.001 7	0.001 51	0.000 1	0.001 0
7	BS925	0.002	0.001 44	0.000 1	0.001 0
6	BS825E	0.002 5	0.002 44	0.000 1	0.000 4
2	IARM69C/G	0.003 4	0.003 47	0.000 1	0.000 9
9	HGGY-03-01	0.003 9	0.003 07	0.000 1	0.000 5
4	IMZ183	0.01	0.011 47	0.000 5	0.003 6
12	K418C(621)	0.011 6	0.009 07	0.000 6	0.002 1

表 B.15 Nb 的实验室间试验所得结果 %

编号	样品	认证值(质量分数)	测量值(质量分数)	精密度(质量分数)	
				重复性限 <i>r</i>	再现性限 <i>R</i>
2	IARM69C/G	0.09	0.112	0.002 0	0.021 2
4	IMZ183	0.92	0.874	0.016 4	0.061 0
12	K418C(621)	2.2	2.214	0.041 4	0.081 5
8	BS625A	3.60	3.594	0.067 9	0.092 4
1	28X6252	3.96	3.940	0.041 5	0.120 3
9	HGGY-03-01	5.29	5.129	0.057 7	0.106 1

表 B.16 V 的实验室间试验所得结果 %

编号	样品	认证值(质量分数)	测量值(质量分数)	精密度(质量分数)	
				重复性限 <i>r</i>	再现性限 <i>R</i>
8	BS625A	0.015 1	0.014 8	0.000 5	0.003 7
9	HGGY-03-01	0.028	0.026 5	0.001 1	0.006 8
2	IARM69C/G	0.033	0.033 8	0.000 9	0.004 0
6	BS825E	0.049	0.050 7	0.001 2	0.010 3
18	215X HB5	0.136	0.126	0.002 0	0.010 7
19	215X HC3	0.404	0.391	0.004 1	0.025 4

表 B.17 Zr 的实验室间试验所得结果 %

编号	样品	认证值(质量分数)	测量值(质量分数)	精密度(质量分数)	
				重复性限 r	再现性限 R
2	IARM69C/G	0.004	0.003 82	0.000 3	0.002 0
4	IMZ183	0.03	0.026 3	0.001 8	0.004 7
3	IMZ181	0.032	0.031 5	0.001 6	0.004 9
12	K418C(621)	0.092	0.086 1	0.002 6	0.006 4