



中华人民共和国国家标准

GB/T 25050—2010/ISO 8050:1988

镍铁锭或块 成分分析用样品的采取

Ferronickel ingots or pieces—Sampling for analysis

(ISO 8050:1988, IDT)

2010-09-02 发布

2011-06-01 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

前 言

本标准等同采用国际标准 ISO 8050:1988《镍铁锭或块 成分分析用样品的采取》(英文版)。

为便于使用,本标准做了下列编辑性修改:

- “本国际标准”一词改为“本标准”;
- 用小数点“.”代替作为小数点的逗号“,”;
- 删除国际标准的前言;
- 规范性引用文件采用国家标准;

本标准附录 A 为规范性附录;附录 B、附录 C 和附录 D 为资料性附录。

本标准由中国钢铁工业协会提出。

本标准由全国生铁及铁合金标准化技术委员会归口。

本标准起草单位:山西太钢不锈钢股份有限公司。

本标准主要起草人:刘爱坤、王珺、戴学谦、刘伟。

镍铁锭或块 成分分析用样品的采取

1 范围

本标准规定了镍铁锭或块成分分析用样品采取的方法。

本标准适用于镍铁锭或块成分分析用样品的采取。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 21933.1 镍铁 镍含量的测定 丁二酮肟重量法(GB/T 21933.1—2008,ISO 6352:1985, IDT)

GB/T 25049 镍铁(GB/T 25049—2010,ISO 6501:1988,MOD)

3 浇铸取制样

3.1 取样

3.1.1 采用取样勺取出份样¹⁾浇铸于模中,以获得适于化学分析和仪器分析的小锭样品。小锭一般呈椎台形。其尺寸范围如下:

——高:100 mm~140 mm;

——上台直径:35 mm~50 mm;

——下台直径:30 mm~40 mm。

应使用可使样品迅速冷却锭模材料,如采用大型铜模。小锭样品应无裂纹和气孔,通常加入线状的或片状的铝(每 kg 使用 1 g~2 g 的铝)来保证其无裂纹和气孔。较高的小锭顶部常常出现气孔疏松等缺陷,但可以保证小锭底部完好、致密均匀、无缺陷,适合分析。一般 120 mm 高的样品,从底部算起,至少有 70 mm 完好。

3.1.2 小锭样品切成圆片后用于仪器分析,需要用若干个样品,对每个样品进行数次分析,以获得与屑状样品化学分析同样准确的结果。

因此,在浇铸时,要按一定时间间隔,取一定数量的小锭样品。附录 A 中规定了所取的小锭样品的个数和每个小锭分析的次数。

由于某种意外原因导致个别样品小锭不能使用或含有裂纹或气孔,以至于分析的样品不足,则应从浇铸的锭上再取样,每炉选择 5 个锭,按 4.1.3 步骤进行。

3.2 制样

3.2.1 切割

可以使用切割砂轮(如金刚砂或刚玉砂轮),从每个小锭样品底部(直径小的一端)10 mm~15 mm 处将其切割成两块。为了避免样品受热导致金属组织结构改变,切割时宜用水冷却。

3.2.2 制备碎屑样品

切片后较大部分按照以下方式之一制备碎屑样品,将从选择的小锭样品中获取的所有屑状样品合

1) 份样是在单次操作中取得批的一部分,本标准中指熔融金属的部分。

在一起构成实验室样品,再按第5章的程序处理制得分析样品。

注:从小锭上切割下来较小的片,切割表面经适当加工后,可用于仪器分析(如X射线荧光分析或发射光谱分析)。所分析的小锭样品的数量和每个小锭样品的测定次数见附录A。

3.2.2.1 钻取

将切片后较大部分的新切割的表面朝上,对试料块钻取碎屑。规定使用直径为20 mm的钻头,钻孔的深度为50 mm(不要钻透),以得到100 g以上的屑状样品。可以使用类似附录D中图D.3的装置²⁾收集所有屑状样品。钻屑技术条件参见附录D。

3.2.2.2 铣削

将切片后较大部分的新切割面的四周用刚玉或金刚石砂轮研磨干净,在切割表面上铣削约20 mm,以获得100 g铣屑,收集所有铣屑。铣削技术条件参见附录D。

4 锭或块的取制样

4.1 取样

4.1.1 单炉组批

使用3.1条中规定执行(按随机取样规则取5个锭或块)。

4.1.2 多炉组批

所取的锭或块的最少数量 N 与一批镍铁的质量 T 有如下关系,计算结果见表1:

5 t~80 t的批量: $N=50$;

80 t~500 t的批量: $N=54-T/20$ 。

其中: T 为一批镍铁的质量,单位吨(t)。

表1 多炉组批锭或块的取样数量

镍铁吨位 T/t	所取锭或块数 N
5~80	50
100	49
140	47
200	44
240	42
300	39
340	37
400	34
440	32
500	29
500~1 000	29

经供需双方协商,可以增加锭或块的数量。当采用不同运货方式时,参见附录B随机取样规则。

4.1.3 清洗

通过洗、刷或擦仔细清洁每个锭或块的表面,消除铸造金属上的所有杂物(土、灰尘、油等)。

将选取的锭或块组成大样。

4.2 制样

制样分为钻取或铣取,应保证碎屑不受工具、灰尘或油脂的污染,特别要保持干燥。机械加工的技

2) 该装置应由不污染碎屑的材料构成,适合于油冷钻头而不适用于压缩空气冷却的钻头。

术条件参见附录 D。

有些镍铁样品很硬,需要注意选择适宜的刀具和切削条件。如果样品经预先退火,易加工性将大大提高,比较容易制取碎屑。参见附录 D 中 D. 2。

4.2.1 钻取

采用高速工具钢或碳化钨钻头在每个锭或块上一点钻取,其深度达厚度的一半。钻取时,如果先从一个锭或块的上表面钻取,则下一个从其下表面钻取。钻头直径为 12 mm~20 mm,最常用的是 15 mm~17 mm。适宜的钻头例子及其使用条件参见附录 D。

弃掉最初钻取的表皮碎屑,收集之后的所有屑状样品。收集屑状样品的装置应由不污染屑状样品的材料制成,参见附录 D 中 D. 3。

4.2.2 铣取

采用金刚砂或刚玉(氧化铝)砂轮切割锭或块,选择合适的薄片进行铣取。用刚玉或金刚砂研磨砂轮将待铣面的四周清理干净,再用合适的铣刀铣取碎屑,收集所有屑状样品。适宜的铣刀及使用条件参见附录 D。

钻取或铣取的屑状样品至少为 1 kg。

5 实验室样品的处理

实验室样品由 3.2.2 或 4.2 得到的屑状样品组成。

5.1 清洗

所有实验室样品用丙酮清洗两次(或一次用纯丙酮,一次用纯乙醚),消除机械工具给屑状样品带来的污染(润滑剂、灰尘等)。然后在空气中挥发排除溶剂³⁾,将样品置于 100 °C~110 °C 的烘箱中至少干燥 0.5 h。

5.2 破碎

由单炉(见 4.1.1)得到的屑状样品比较均匀,不需要破碎,可以直接按照 5.3 进行处理。

由从多炉(见 4.1.2)组批得到的屑状样品,均匀化很重要。如果屑状样品不相互粘连,则很容易混合。

注:碎屑的形状主要由钻取或铣取工艺决定,参见附录 D。

在所有情况下,将屑状样品破碎,均匀性会更好。

屑状样品的易破碎性取决于:

——镍含量:如果超过 35%,合金具有延展性,不能破碎;

——杂质含量(特别是碳):高碳镍铁比低碳镍铁更易破碎。

使用不会造成污染的合适破碎机破碎镍铁。实验室常用振动式破碎机,破碎时间一般为 10 s~30 s。可以使用碳化钨材质或特种耐磨钢材质的研钵。不能使用球式或棒式破碎机。

对于镍含量小于 35%的镍铁,采用破碎时间 30 s 一般可全部过筛:

——对于低碳镍铁(LC)用筛孔 2.5 mm 的筛子;

——对于中、高碳镍铁(MC 和 HC)用筛孔 0.8 mm 的筛子。

如果破碎机不能一次处理全部样品,则将屑状样品分成几份逐次破碎。

5.3 均匀化

样品必须充分均匀化,可以利用机械均质器或反复交替铲取,或通过二分器数次混匀全部材料。

5.4 样品分配

对于低碳(LC)镍铁,每份样品应存放在带塞玻璃瓶中。不能因塞子磨损造成污染,特别是碳污染;不允许与纸、纸板、橡胶、软木或塑性材料接触。采制样的所有阶段同样要注意这些问题。特别是碎屑

3) 使用纯的有机溶剂,使其尽可能完全挥发,保证能够使用仪器分析方法测定碳和硫。

不应在纸上处理(最好用铝箔)。

对于中、高碳(MC 和 HC)镍铁,每份样品可以存放在厚的聚乙烯袋中,样品份数根据相关方的要求。

用二分器或旋转式分配器把样品分成若干份,每份 100 g。最少份数应为:

- 买方 1 份;
- 卖方 1 份;
- 仲裁 1 份;
- 保留 1 份。

附录 A
(规范性附录)

浇铸小锭所取个数和分析次数的规定

A.1 采用仪器分析浇铸的小锭时,其精密度与屑状样化学分析近似。尤其是镍含量的测定⁴⁾。

为了达到此精度,浇铸和分析的小锭数量应足够充分,以保证样品对于供货批具有代表性。此外,可对每个小锭进行单次或多次测定,计算平均值。

再者,各生产厂进行浇铸、取样或仪器分析的条件可能各不相同。因此,规定了浇铸小锭所取个数和分析次数的通用规则。

A.2 通用规则

小锭所取数量:(4~8)个。

小锭所分析数量:(2~5)个。

每个小锭的测定次数:(1~3)个。

所取小锭的数量要大于所分析小锭的数量,因为必须保证足够的小锭数量,以避免例外情况,比如有的小锭有夹杂和气孔等缺陷⁵⁾。

用三个实例简单描述如何遵守通用规则。

例一:

在浇铸过程中定期取 8 个小锭,然后切割其中 5 个,每个测量 1 次。如果有 1 个小锭有缺陷,则从剩余的 3 个小锭中任取 1 个测量。最终结果是 5 个测定结果的平均值。

例二:

在浇铸过程中定期取 5 个小锭,切割后,选其中 3 个小锭,任选 2 个小锭各分析 2 次,分别计算平均值。如果 2 个小锭镍含量平均值的偏差小于 0.2%,则 4 次测定的平均值为最终结果。

如果偏差大于 0.2%,则将选出的 3 个小锭,重新处理表面后,分别再测定 1 次,最终结果为 7 个测定结果的平均值。若有偏离的数据,可去掉 1 或 2 个数据后再取平均值。

例三:

使用小锭制取碎屑。

在浇铸过程中定期取 5 个小锭,切割后选其中 3 个小锭的较大的部分,然后按照 3.2.2.2 操作制取碎屑。也可以从例一和例二所述的小锭上取碎屑。

收集所有碎屑,按正文第 5 章进行操作。

以上例子所描述的程序,是为了使镍含量测定达到所期望的精密度。实际上,作为一种简单的方法还可以得到所有别的待测元素十分准确的测定结果。

4) 化学分析方法采用 GB/T 21933.1。

5) 如有争议,切割所有小锭,选取所需数量的完好的片进行测定。

附录 B
(资料性附录)

在提供的 M 个样本中选择其中 N 个的方法

B.1 概述

从总体中抽取一个样本,不管采用何种方法,首先应注意两点:

- a) 对抽样的(镍铁锭或块)样本的定义;
- b) 抽样过程本身。

为了保证抽样代表性,抽样总体中的任一样本都有相同的概率被抽取。

B.2 样本构成总体的定义方法

可以使用两种方法:一是从总体中随机取样;另一种是按规则定期取样,只是第一个样本设置为随机抽取。

B.2.1 随机取样

在这个方法中, N 个样本(或从 M 个对象中组合 N 个)中任何可能的样本具有同等的概率。

我们假定一批货物包含 M 个样本,编号从 1 到 M 。那么问题就简化为从 M 个整数中随机取出 N 个不同的整数。

为了达到这个目的,首先将 N 个随机数均匀分布在 $0\sim 1$ 的间隔内,有些表格直接给出了这些数。其他(如表 B.1)只给出了 $0\sim 9$ 的几行,随机排列,真正的均匀分布可以很容易的获得,即将整数部分设为零,按表中显示的设定 n 位,取 n 位。

例如:

表 B.2 是一随机数表的摘录,该随机数表在本标准中可以找到的一些具体情况。

从 $0\sim 1$ 均匀分布的随机数字是 5 位小数,5 位一组按照行或列或其他有规则的方式排列。取每列的头 5 个数为例,获得如下数字排列:

10275
28415
34214
61817
.....

数字实际上是:0.102 75—0.284 15—0.342 14—0.618 17,等等。

注:在表 B.2 中,行和列之间的空格只是为了阅读的方便。

假设 x_1, x_2, \dots, x_N 是一系列均匀分布得到的 N 个数字,所有的这些数乘以整数 M ,是 $0\sim M$ 之间随机选择的一个数。

$$Mx_1, Mx_2, \dots, Mx_N$$

将这些实数取整后加 1:

$$E_1 = [Mx_1] + 1$$

$$E_2 = [Mx_2] + 1$$

.....

$$E_N = [Mx_N] + 1$$

式中: $[Mx_i]$ 是 Mx_i 的整数部分。

这些整数 E_1, E_2, \dots, E_N 就标记了 M 个对象中的 N 个样本。

如果在这个过程中有 E_i 的结果相同,那么就添加另外的 x_i 值,直到获得 N 个不同的 E_i 值。

B.2.2 系统定期制样

在本方法中,提供的 M 个样本中组成 N 个,不是所有这些样品具有相同的概率。

实际上,在这些数很大时,这种概率是零,虽然任何指定样本有(至少接近)成为样品一部分的相同概率。这个近似荒谬的结果可以用单个样品的不独立性来解释。

M/N 的系数,比如说是 Q ,计算后,如果这个除法还有余数,比如 $R(R < N)$,就忽略了。

在序列 $1, 2, \dots, Q-1, Q$ 中随机选择一个整数,举例,按照 B.2.1 中描述的方法,选取这个数为 H ,组成样品的样本用整数来定义:

$$H_1Q + H_2Q + H_3 \dots (N-1)Q + H$$

从中可以看出,用这个方法 $M-NQ$ 个样本被忽略了,在随机数表中只有一个描述是必要的。因为被描述样本的所有可能的样品具有不等概率,因此,在这种情况下不能应用的样品变动,有必要指定理论公式来计算。除非是这些样本是精心搭配的,而实际上这是非常困难的。

B.3 N 个锭或块的选取

在构成样本的 M 项中在理论上已经用整数 E_1, E_2, \dots, E_N 加以区别的 N 个锭或块,取样的操作仍然在不可忽略以下事实的情况下进行,因为锭或块一般是没有识别标志的。

可考虑两种情况:要加以取样的供货批可能是整批(不加包装)的,或者是被分批装在托盘、卡车、小手推车等工具中的。

B.3.1 供货批以整批提供的情况

以整批提供的供货批,只有在其所有部分都可移动的情况下才能正确的取样。当这样做时,可取出数字 E_1, E_2, \dots, E_N 的锭或块,以组成所需的一次样品。

B.3.2 供货批以若干批或若干组件提供的情况

在这种情况下,可以通过先区别不同组件(托盘或小手推车)中的不同的锭或块,避免移动所有供货批中的锭或块。

这样做,要对指明它们中每一种的锭或块号码(数字)的供货批起草一份清单,以及在这些批次中所有的锭或块数(当它们在接连的计算中显示出来时,正如在表 B.1 第三列中示出的例子)。

让之前已经用 B.2 条款中表明的方法定义过的指明锭或块的数字 E_1, E_2, \dots, E_N 为例,如:

110,132,167,404,489,827,859,959,1 109,1 288;

那么通过将这些数字与批次顺序中累积的分组件数字相比较,就可很容易地确定特定的,从中选取样品的每一个锭或块的分组件。

有可能发生这样的情况,即从某些批次中不需要选取锭或块。在由大量分批次组成的重要委托情况下,它们中多数可能是这样的情况,特别是如果样本规模比较小时更是如此。这将会使搬运作业很节省。

这样区别的锭或块将从它们各自的分组件中,用 B.3.1 中叙述的方法取样。

表 B.1 锭或块的累积数量

分组件	锭或块的数量	锭或块的累计数量	取自分组件的锭或块的顺序数
A	200	200	110,132,167
B	200	400	
C	150	550	404,489
D	250	800	
E	250	1 050	827,859,959
F	150	1 200	1 109
G	100	1 300	1 288

表 B.2 随机数表

10 27 53 96 23	71 50 54 36 23	54 31 04 82 98	04 14 12 15 09	26 78 25 47 47
28 41 56 61 88	64 85 27 20 18	83 36 36 05 56	39 71 65 09 62	94 76 62 11 89
34 21 42 57 02	59 19 18 97 48	80 30 03 30 98	05 24 67 70 07	84 97 50 87 46
61 81 77 23 23	82 82 11 54 06	53 28 70 58 96	44 07 39 55 43	42 34 43 39 28
61 15 18 13 54	16 86 20 26 88	90 74 80 55 09	14 53 90 51 17	52 01 63 01 59
91 76 21 64 64	44 91 13 32 97	75 31 62 66 54	84 80 32 75 77	56 08 25 70 29
00 97 79 08 06	37 30 28 59 85	53 56 68 53 40	01 74 39 59 73	30 19 99 85 48
36 46 18 34 94	75 20 80 27 77	78 91 69 16 00	08 43 18 73 68	67 69 61 34 25
88 98 99 60 50	65 95 79 42 94	93 62 40 89 96	43 56 47 71 66	46 76 29 67 02
04 37 59 87 21	05 02 03 24 17	47 97 81 56 51	92 34 86 01 82	55 51 33 12 91
63 62 06 34 41	94 21 78 55 09	72 76 45 16 94	29 95 81 83 83	79 88 01 97 30
78 47 23 53 90	34 41 92 45 71	09 23 70 70 07	12 38 92 79 43	14 85 11 47 23
87 68 62 15 43	53 14 36 59 25	54 47 33 70 15	59 24 48 40 35	50 03 42 99 36
47 60 92 10 77	88 59 53 11 52	66 25 69 07 04	48 68 64 71 06	61 65 70 22 12
56 88 87 59 41	65 20 04 67 53	95 79 88 37 31	50 41 00 94 70	81 83 17 10 33
02 57 45 86 67	73 43 07 34 48	44 26 87 93 29	77 09 61 67 84	06 69 44 77 75
31 54 14 13 17	48 62 11 90 60	68 12 93 64 28	46 24 79 18 76	14 60 25 51 01
28 50 16 43 36	28 97 85 58 99	67 22 52 76 23	24 70 36 54 54	59 28 61 71 96
63 29 62 66 50	02 63 45 52 38	67 63 47 54 75	83 24 78 43 20	92 63 13 47 48
45 65 58 26 51	76 96 59 38 72	86 57 45 71 46	44 67 76 14 55	44 88 01 62 12
39 65 36 63 70	77 45 85 50 51	74 13 39 35 22	30 53 36 02 95	49 34 88 73 61
73 71 98 16 04	29 18 94 51 23	76 51 94 84 86	79 93 96 38 63	08 58 25 58 94
72 20 56 20 11	72 65 71 08 86	79 57 95 13 91	97 48 72 66 48	09 71 17 24 89
75 17 26 99 76	89 37 20 70 01	77 31 61 95 46	26 97 05 73 51	53 33 18 72 87
37 48 60 82 29	81 30 15 39 14	48 38 75 93 29	06 87 37 78 48	45 56 00 84 47
68 08 02 80 72	83 71 46 30 49	89 17 95 88 29	02 39 56 03 46	97 74 06 56 17
14 23 98 61 67	70 52 85 01 50	01 84 02 78 43	10 62 98 19 41	18 83 99 47 99
49 08 96 21 44	25 27 99 41 28	07 41 08 34 66	19 42 74 39 91	41 96 53 78 72
78 37 06 08 43	63 61 62 42 29	39 68 95 10 96	09 24 23 00 62	56 12 80 73 16
37 21 34 17 68	68 96 83 23 56	32 84 60 15 31	44 73 67 34 77	91 15 79 74 58
14 29 09 34 04	87 83 07 55 07	76 58 30 83 64	87 29 25 58 84	86 50 60 00 25
58 43 28 06 36	49 52 83 51 14	47 56 91 29 34	05 87 31 06 95	12 45 57 09 09
10 43 67 29 70	80 62 80 03 42	10 80 21 38 84	90 56 35 03 09	43 12 74 49 14
44 38 88 39 54	86 97 37 44 22	00 95 01 31 76	17 16 29 56 63	38 78 94 49 81
90 69 59 19 51	85 39 52 85 13	07 28 37 07 61	11 16 36 27 03	78 86 72 04 95
41 47 10 25 82	97 05 31 03 61	20 26 36 31 62	68 69 86 95 44	84 95 48 46 45
91 94 14 63 19	75 89 11 47 11	31 56 34 19 09	79 57 92 36 59	14 93 87 81 40
80 06 54 18 66	09 18 94 06 19	98 40 07 17 81	22 45 44 84 11	24 62 20 42 31
67 72 77 63 48	84 08 31 55 58	24 33 45 77 58	80 45 67 93 82	75 70 16 08 24
59 40 24 13 27	79 26 88 86 30	01 31 60 10 39	53 56 47 70 93	85 81 56 39 38
05 90 35 89 95	01 61 16 96 34	50 78 13 69 36	37 68 53 37 31	71 26 35 03 71
44 43 80 69 98	46 68 05 14 82	90 78 50 05 62	77 79 13 57 44	59 60 10 39 66
61 81 31 96 98	00 57 25 60 59	46 72 60 18 77	55 66 12 62 11	08 99 55 64 57
42 88 07 10 05	24 98 65 63 21	47 21 61 88 32	27 80 30 21 60	10 92 35 36 12
77 94 30 05 39	28 10 99 00 27	12 73 73 99 12	49 99 57 94 82	96 88 57 17 91
78 83 19 76 16	94 11 68 84 26	23 54 20 86 85	23 86 66 99 07	36 37 34 92 09
87 76 59 61 81	43 63 64 61 61	65 76 38 95 90	18 48 27 45 68	27 23 65 30 72
91 43 05 96 47	55 78 99 95 24	37 55 86 78 78	01 48 41 19 10	35 19 54 07 73
84 97 77 72 73	09 62 06 65 72	87 12 49 03 60	41 15 20 76 27	50 47 02 29 16
87 41 60 76 83	44 88 96 07 80	83 05 83 38 96	73 70 66 81 90	30 56 10 48 59

附录 C
(资料性附录)

计算要选取组成一次样品的锭或块数 N 的公式

C.1 概述

数学推理和实例是根据镍含量来确定的,也适用于其他元素。

确定镍有关的方差 V 包括取样方差和分析方差:

$$V = V_c + \frac{V_a}{a} \quad \dots\dots\dots (C.1)$$

式中:

V_c ——取样方差;

V_a ——分析方差;

a ——分析数目。

取样方差可以按如下分解:

$$V_c = \frac{1}{N} \times \left(\frac{V_f}{r} + V_i + V_c \right) \quad \dots\dots\dots (C.2)$$

式中:

N ——选取的锭或块数;

r ——每个锭或块的取样点数(用于钻孔的钻孔数,或用于铣削的铣削面数);

V_f ——每个锭或块内镍含量波动的方差(在锭或块中的变异);

V_i ——炉内镍含量波动的方差(同一炉内锭或块之间的变异);

V_c ——炉间镍含量波动的方差(不同炉之间的变异)。

在实际情况下,炉间镍含量的波动范围为 $(k-\epsilon)$ 到 $(k+1+\epsilon)$ 。 k 是一个整数, ϵ 是镍含量在 $k\%$ 到 $(k+1)\%$,每一炉镍含量测量的不确定度。在应用中 ϵ 取 0.15% ,则波动范围为 1.30% 。在所有情况下,这一数字都大于实际情况,因此可以保证大样的代表性。

C.2 V_c 的计算

在一批 M 个锭或块中消耗性地(取而不补充)随机取 N 个锭或块, V_c 就可以明确的使用纯数学的方法计算。在两种定义明确的情况下,计算可以得出了以下公式。

C.2.1 最不利的情况

批次由两炉组成,第一炉镍含量为 $(k-\epsilon)$,第二炉镍含量为 $(k+1+\epsilon)$:

$$V_c = \frac{(1+2\epsilon)^2}{4} \times \frac{M-N}{M-1} \quad \dots\dots\dots (C.3)$$

C.2.2 中等情况

某一批次的镍铁,镍含量在 $(k-\epsilon) \sim (k+1+\epsilon)$ 之间规律地分布:

$$V_c = \frac{(1+2\epsilon)^2}{12} \times \frac{M-N}{M-1} \quad \dots\dots\dots (C.4)$$

也就是说,对于 V_c 来说,其值是之前情况的 $1/3$ 。

在 $N/M \leq 0.10$ 的情况下,假设非消耗性地(取但补充)取样,也就是用 1 代替 $(M-N)/(M-1)$ 项,没有引入明显的误差:

在 $\epsilon=0.15$ 时,

$V_c=0.42$ (在第一种情况下),

$V_c = 0.14$ (在第二种情况下)。

C.3 V_i 和 V_l 的估计

在生产商的工厂里对每炉进行的观察,其数值均在 0.005~0.05 之间(仅在例外情况下才会出现最大值)。

C.4 V_c 的值

由式(2)表明, V_i 项和 V_l 项对于 V_c 来说很小,所以可以得出结论:

——每个锭或块选择多个取样点是没有用的,因此选择 $r=1$;

—— V_c 的值基本上来自于炉内的变化和随机抽取的锭或块的数目。

在实际情况下, $V_c \approx 0.01$,这相当于单独的确定 0.1% 的标准偏差(质量分数)。

为了得到 $a=1$ 和 $V_c = V_c \approx 0.01$,采用上面提到的 V_c 、 V_i 和 V_l 的数值,对 N 选择以下数值:

在最不利的情况下, $N=50$;在中等情况下, $N=20$ 。

当 a 大于 1 时; V_c/a 的值减小,如果要减小 V_c 相对于 V_c/a 的重要性,那么就应增加上面的 N 值。需要指出, N 翻倍的实验成本大于 a 翻倍,然而,在 N 翻倍前, V_c 等于 V_c 时,对 V 的测定影响是相同的。

C.5 根据批次规模的 N 值

C.5.1 一炉组批

在锭中和锭间的方差是很小的,而在这种情况下, V_c 为零。若选 $N=5$,则有 $V_c < 0.01$ 。

C.5.2 在 20 t 和 80 t 之间的批

这些批有(2~5)个组成,每个 16 t~20 t。

采用最不利的情况,有 $N=50$ 。

C.5.3 在 80 和 500 t 之间的批(最大吨位)

500 t 的情况,存在很大的概率是上面提到的中等情况,或者说比较有利的情况。于是合乎逻辑的是抽取的锭或块的数目在吨位从 80 t 逐步增加到 500 t 时逐步减少。

得出公式:

$$N = 55 - \frac{T}{15}$$

式中, T 为批次的吨位。

谨慎起见,最后采用了以下公式:

$$N = 54 - \frac{T}{20}$$

这样稍稍增加了 N 的数值。

注:在原则上,某一批次的吨位不应该超过 500 t。如果买方和供应方之间有协议,那么委托件可以处于 500 t 和 1 000 t,显然,上面的公式不再适用,因为 1 000 t,得到 $N=4$,小于 C.5.1 的值。

事实上,20 t 混合的条件与 500 t(25 炉)或 1 000 t(50 炉)是相同的,于是可以认为始终是在 C.2.2 所述的中等情况下。

可以认为,抽取的锭或块的数目,从 500 t 到 1 000 t 是恒定的($N=29$)。

因此在实际情况中可以采用两个步骤:

——将委托件以不超过 500 t 的吨位划分;

——从整个委托件中抽取 $N=29$ 个锭或块。

显然,第二个解决方案显著减小了从锭或块取屑状样品的工作量,同时又能确保同样的精度;前提是对单一批反复分析,从而使分析的不确定度不超过两批以上批次分析时的不确定度。

C.6 结论

单炉组批时,一般取(2~4)个锭或块就有代表性了。若采用 $N=5$ 肯定更加有代表性。

多炉组批时,取样的不确定度与组批的范围和被抽取的锭或块的数目 N 有关。

在 C.5.1、C.5.2 和 C.5.3 中的三个例子中,推荐的取样方法对于保证 $V_r < 0.01$ 是足够的。

如果分析本身重复几次,而且要求 $V_r \leq V_r/a$,那么增加 N 值。

上述推论和结论只有在批次的 M 样本中取 N 个(锭或块),在随机取样的基础上进行的才是有效的。(参见附录 B)

附录 D
(资料性附录)
钻和磨的技术条件

D.1 概述

小块镍铁之间的硬度有相当大地变化,这取决于镍含量的级别以及其他元素的含量(主要是碳和硅)。

当硬度在 180 维氏硬度到 600 维氏硬度之间(或相当的硬度范围),小块镍铁被认为是非常硬。也可使用切片工具,当在使用切片工具是需要谨慎选择。因为切片时需要一直保持干燥以避免任何污染。

注意:钻和磨是最常用的加工手段。在一般需求时,也可能使用刨平工具修磨,需要在切下来的表面上修磨。这种设备是速度比较慢。

D.2 镍铁硬度非常大的情况

当加工非常困难,包括工具装备以及随之严重的碎屑污染,或者根本无法制样,对材料进行热处理(回火)。实际操作过程依金属硬度和金相结果而定。比如,回火对硬度超过 180 维氏硬度的情况有效,回火可能用于小块样品或者是小锭上切下来的片,按如下操作:

将锭、锭的部分或块在高温炉中,于 650 °C~800 °C 加热 2 h~4 h,然后停止加热,缓慢冷却一晚上。

如果时间有要求,锭、部分锭或块样品可以使用沙浸冷却至 200 °C 以下。这种方法与在空气中操作比较,减少了样品表面的氧化,脱碳层有 0.5 mm~1 mm 厚度。切片的表面经过热处理之后不能使用。表层往下的 2 mm~3 mm 需要切掉,余下的保留,或者弃掉表层 2 mm~3 mm 的样品。

D.3 切片工具的选择

使用的切片工具应该由合适类型和等级的钢制成,尽可能的降低工具导致的碎屑污染。

表 D.1 是高速工具钢的列表。

对于高碳、铬和钴含量的样品,要确认工具硬度;钼可以防止碎屑粘附在工具上。

对高硬度镍铁(比如硬度大于 180 维氏硬度),工具中钴含量大于或等于 7.5%,S11 型最合适。

对低硬度镍铁,钴含量大约 5%,如 S12 型。

表 D.1 高速工具钢

类型	S9	S10	S11	S12
名称	HS12-1-5-5	HS10-4-3-10	HS2-9-1-8	HS7-4-2-5
C/%	1.45~1.60	1.20~1.35	1.05~1.20	1.05~1.20
Co/%	4.70~5.20	9.50~10.5	7.50~8.50	4.70~5.20
Cr/%	3.50~4.50	3.50~4.50	3.50~4.50	3.50~4.50
Mo/%	0.70~1.00	3.20~3.90	9.00~10.0	3.50~4.20
V/%	4.75~5.55	3.00~3.50	0.90~1.40	1.70~2.20
W/%	11.5~13.0	9.00~10.0	1.30~1.90	6.40~7.40
回火后最低硬度	65	66	66	66
HRC66 相当于约 900 维氏硬度。				

对碳化钨工具,选择的类型耐磨而有韧性,避免工具磨损或破裂,可以从 M10, M20, M30 类型中选择。

注:本条款中的数据仅供参考。资料来源于该领域有实践经验的实验室。

D.4 其他注意事项

尽可能避免切片工具和样品加工间的震动。

金属钻取时,应使用短但不是很薄的钻头(直径不小于 12 mm,最好是 15 mm~20 mm)。小螺纹角对钻取也是有利的;比如,15°螺纹角的钻头比 30°螺纹角的钻头更有益于减少震动。

使用锥柄钻头(莫尔斯锥度座 No. 2 和 No. 3)令人满意。

铣刀相对于其直径也应短。

最后,设备应牢固。这对于研磨加工容易实现,而对于钻取,不管是否装备了磨样台都更难以达到。将工具装配到轴上时,应使用满足要求的固体媒介:标准锥度 SA40 或者 SA50。

D.5 加工参数

加工规格包括:

——刀具很少加热,所以不会变旧;刀具磨损可以根据检验加工的碎屑判断;轻微的发黄可以接受,但决不能发蓝。

每齿的走刀量,不能低于磨或钻的最小值,因此,样品不能经过加工硬化;正常操作刀具,避免震动、磨损和非正常加热。

必须考虑表 D.2 中参数,以获得一个好的折衷方案。

这些参数的关系表达式如下:

$$V_1 = \frac{\pi DN}{1\ 000} \dots\dots\dots (D.1)$$

$$\alpha = \frac{V_2}{N_d} \dots\dots\dots (D.2)$$

(涉及上述内容时有效)

好的加工条件需要选择合适的 V_1 和 α 值,然后根据仪器调整 N 和 V_2 的值。

表 D.3 给出了推荐参数实例。

对低硬度的金属加工,可增加表 D.3 中给出的最大值。

在实际操作中要获得这些规范,加工过程中应在下列范围内操作:

$N=30\sim100$ 转/min 钻取

40~100 转/min 磨

$V_2=3\sim10$ 钻取

5~20 mm/min 磨

表 D.2 推荐参数

符 号	参 数	测量单位
N	刀具转速	转/min
D	钻头和铣刀的直径	mm
d	齿数 ^a	
V_1	刀速线速度	m/min
V_2	磨样时横进刀或纵进刀率钻取时纵进刀率	mm/min
α	每齿进刀量	mm/齿

^a 机械术语,每一齿对应一格槽。

表 D.3 推荐参数实例

刀具	V_1	V_1	α	α	α
	最大 m/min	一般 m/min	最大 mm/齿	一般 mm/齿	最小 mm/齿
高速钢钻头	4	2~3	0.05	0.04	0.03
碳化钨钻头	10~12	4~7	0.03	0.02	0.015
高速钢(带破碎功能)铣刀	6	2~3	0.03	0.015~0.02	0.01
高速钢端铣刀	6	2~4	0.05	0.03~0.04	0.02

D.6 适合的刀具实例

以下描述仅供参考。每个国家不同的制造厂商提供适当的切削工具,选择这些工具进行实验,读者应能很容易得到这些参数。

只有现场的亲眼检查切削唇缘试验才可以得到值得信赖的结论。某种类型的刀具在某家实验室表现出色,也许在另一家没有那么好。以下仅仅是一部分实例。

D.6.1 高速钢钻头

直径:15 mm~20 mm。

莫尔斯锥度:No. 2~3。

可用长度:60 mm~70 mm。

螺纹角:15°(或,低于该值,30°)。

点角度:140°(或低于该值,130°,但不能更低)。

后角(间隙角):5°~7°。

后间隙角:约 15°。

前角(刀面角):

钻头刃:3 倾角,后角、后间隙角和 web clearance 修磨后角。

修磨横刃允许有 1 mm~2 mm 的十字刀刃。

D.6.2 碳化物钻头

直径:大约 15 mm。

可用长度:约 35 mm。

莫尔斯锥度:No. 2。

螺纹角:10°~15°(或,低于该值,30°)。

点角度:130°。

后角:2°~4°。

后间隙角:约 15°。

前角:正的(与螺纹角在同一个方向),可能是 2°~5°。

钻头刃:3 倾角,后角、后间隙角和修磨横刃。

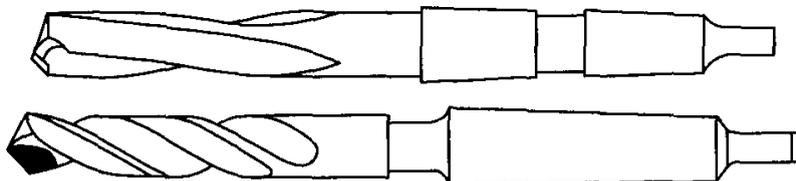


图 D.1 碳化物钻头

在 D. 6.1 中提到的修磨横刃应用在此。在这里,不要将十字刀刃减小到小于 1 mm 是非常重要的,否则,这点破碎的风险非常高。

这种钻头不能用于最硬的镍铁,当硬度增加,点破碎的风险越高。碳化物末端非常重要,由于堵塞在孔洞里的碎屑产生摩擦力。

D. 6.3 钻头

见表 D. 4 和图 D. 2。

这些钻头用压缩空气代替机油。出于这种目的需要用一种特殊的连接环。

这种钻头不使用高钴和钨的钢制造。因此,它们不能用于非常高硬度的镍铁。

图 D. 3 所示的碎屑接收器,应用于碎屑钻取技术。

表 D. 4 油孔钻头的特点

	钻头直径	
	15 875 mm	19 050 mm
总长	241.3 mm	266.7 mm
钻取深度	123.825 mm	149.225 mm
螺旋角	34°	34°
点角	118°	118°
后角 ^a	10°	10°
后间隙角 ^b (大概值)	10°	10°

^a 在钻头的空白边和侧面的交叉处测量。
^b 可以改变此角度以提高性能。

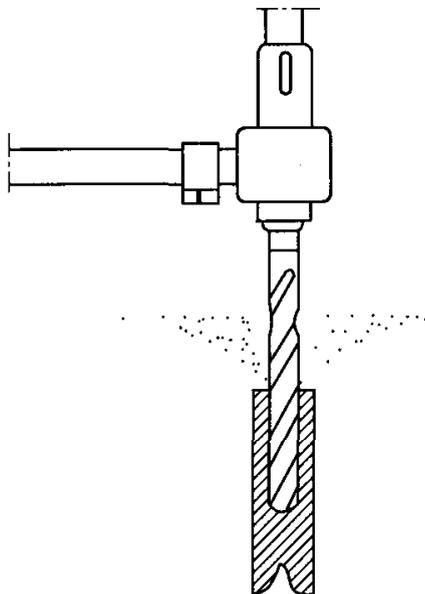


图 D. 2 油孔钻

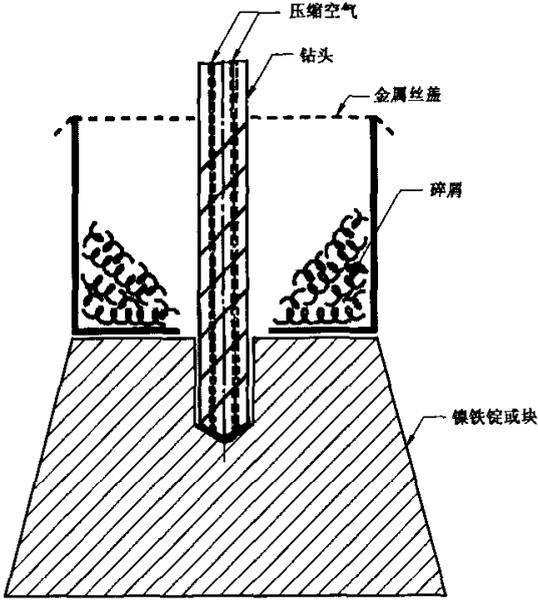


图 D.3 收集钻屑的装置

D.6.4 碎屑铣刀

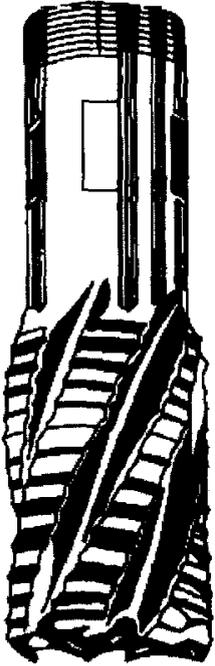


图 D.4 碎屑铣刀

直径:20 mm~30 mm。

齿(凹槽)数:4,5 或 6。

纵向剖面图:

每个凹槽边缘的长度:大致成型的切边,圆形切面。

可用长度:30 mm~45 mm。

后角: $3^{\circ}\sim 4^{\circ}$ 。

前角: $2^{\circ}\sim 5^{\circ}$ 。

底托:SA40 或 SA50 锥度的底座。

这种铣刀可用于圆柱体。

切削深度:0.5 mm~2 mm,依据材料的硬度。

D.6.5 端头铣刀



图 D.5 端头铣刀

直径:20 mm~50 mm。

莫尔斯锥度:No. 3 或 No. 4。

齿(凹槽)数:4,5 或 6。

可用长度:35 mm~75 mm。

后角: $4^{\circ}\sim 6^{\circ}$ 。

前角: $2^{\circ}\sim 5^{\circ}$ 。

这种铣刀更适用于圆柱体的端面。

D.6.6 模制铣刀头

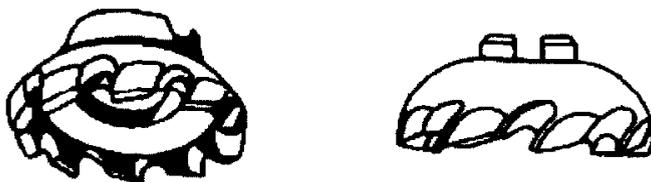


图 D.6 模制铣刀头

直径:50 mm~80 mm。

齿(凹槽)数:6 或者 10。

可用长度:10 mm~15 mm。

后角:4°~6°。

前角:2°~5°。

底托:SA40 或 SA50 锥度的底座。

这种铣刀只用于端面,和端头铣刀相同的情况下适用。

切削深度:0.5 mm~2 mm,依据材料的硬度。

在一些生产厂家的现场实验中,可以发现,这种刀具产生最小的磨损(或铣刀使用至报废最大可能的允许次数)。

注:在用于镍铁加工时,碳化钨铣刀比钢制铣刀寿命短。