



中华人民共和国国家标准

GB/T 25051—2010/ISO 8049:1988

镍铁颗粒 成分分析用样品的采取

Ferronickel shot—Sampling for analysis

(ISO 8049:1988, 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 ISO 8049:1988《镍铁颗粒 成分分析用样品的采取》(英文版)。

为了便于使用,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。

本标准的附录 A、附录 B 和附录 C 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:刘伟、戴学谦、王珺、刘爱坤、李乐斌。

镍铁颗粒 成分分析用样品的采取

1 范围

本标准规定了粒状镍铁成分分析用样品的采取。

本标准适用于 GB/T 25049 中规定的粒状镍铁的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 产品组批和包装

粒度:2 mm~50 mm

批重量: ≥ 5 t

如果要混合组批,每批的镍含量在 $k\% \sim (k+n)\%$ 之间,其中:

$$15 \leq k \leq 59$$

$$1 \leq n \leq 5$$

$$16 \leq k+n \leq 60^{1)}$$

镍铁颗粒一般以散装交货,可以用卡车、火车或其他装载工具装运,装载量一般为 5 t~30 t,火车车厢装载量可达 60 t。

这种镍铁也可以按桶、袋或其他方式交货。

4 原理

对于同一炉的镍铁,均匀性应该可以得到保证,因此很容易从少量份样中得到有代表性的大样。

对于由多炉镍铁组成的混合批,必须取得较大的份样数量 N_p ,所有份样构成大样。

大样混合缩分后,获得适合实验室处理的中间样品。中间样品经处理后制得实验室样品。实验室样品按表 1 要求缩分成 N_s 个分析样品,每个分析样品的量不超过 1 kg。然后,将每个分析样品在适当的条件下重熔,保证成分不发生偏差,这样制得 N_s 个均匀的小锭²⁾。将小锭用于仪器分析,或者加工得到屑状样品用于化学分析。

5 大样和中间样品的采取

5.1 混合批

5.1.1 自动散装取样

如果有适宜的大样取样系统,取样这样进行。例如,将颗粒倒入料仓由皮带输送,在卸料端,出现下

1) 如果不混合组批(即 n 小于等于 1)则不按本标准执行。

2) 一般认为,在需要的条件下,实验室内熔融炉能重熔的最大质量是 1 kg,通常为了取样有代表性,实验室样品的制样量超过 1 kg,因此有必要熔化成小锭。

列两种可能性：

- 具有遵循颗粒材料取样工艺规律的理想取样系统(例如采用横截料流取样器)；
- 用取样铲按一定的时间间隔截取颗粒料流，取有代表性的份样。

在这种情况下，每份样量应不小于 20 kg，一般为 20 kg~50 kg。

份样数 N_p 列于表 1。

表 1 最小的份样数

份样数 N_p	吨位/t	镍含量波动范围 n				
		$n < 1$	$1 \leq n < 2$	$2 \leq n < 3$	$3 \leq n < 4$	$4 \leq n \leq 5$
	5~50	5	10	15	20	30
	50~200	7	12	17	22	35
	200~500	10	15	20	25	40
	500~2 500	15	20	25	30	45
实验室样品数 N_s^a		1	2	3	4	5

^a 为假定每个重熔炉容量为 1 kg 的情况下，熔炼样品的个数。如果重熔炉的最大容量为 $1/x$ kg，那么重熔的样品数为 $x \cdot N_s$ 。

注 1：为了达到这个目的，应采用附录 B 中的随机采样规则。

注 2：大多数情况下，对于小批量样品，表中的第一行都是适用的。

然后将份样缩分成较小量，制得 20 kg~50 kg 的中间样品，送到实验室进一步制备。

用自动缩分设备(如旋转缩分器)缩分时，其大小要适合于待处理材料的粒度。如果没有自动缩分设备，可以从大样堆中手工铲取，进行缩分。在铲取期间防止洒落。例如，每第五满铲(或不到五铲取一铲)取为缩分样，然后将得到的缩分样品继续缩分，直到获得所要求的样品量 20 kg~50 kg。

5.1.2 手动散装取样

在没有适宜的大样取样系统的情况下，采用手动取样。从被检查的每个单元(卡车、火车车厢、容器等)中交替铲取。被检查单元数为表 1 中的 N_p ；如果单元总数小于 N_p 时，则被检查的单元数为所有的装料单元数。

例如，当 20 t 的卡车将料卸到地上时，取样步骤可以如下：

- 铲运 20 t，将每第五铲的料倒到一边；
- 再铲运获得的 4 t，将每第五铲的料倒到一边；
- 再铲运获得的 800 kg，将每第五铲的料倒到一边；
- 再铲运获得的 160 kg，将每第五铲的料倒到一边；

将获得的 32 kg 的镍铁送往实验室。

这是从一个被检查单元获得中间样品的实例。

如果被检查单元超过一个，那么将每个单元中获得的中间样品混和，再缩分，直至代表该批的中间样品量为 10 kg~20 kg。

5.1.3 桶(袋)装取样

表 1 中的 N_p 数是必需的取样桶(袋)数，如果总的桶(袋)数小于 N_p ，那么取样桶(袋)数为总的桶(袋)数。

从选择的每桶(袋)中最少取 1 kg 的颗粒，得到 20 kg 以上的样品，一般为 20 kg~50 kg。

如果每桶(袋)中的颗粒是均匀的，那么可以从桶(袋)上面取样。否则，应将桶(袋)倒空，用铲交替铲取。

5.2 单炉组批

如果均匀，取最少量的颗粒做重熔样品(例如 1 kg)。

为保险起见,可从运输或包装单元中,取 3~5 份样品组成大样,然后混和,缩分获得 5 kg~10 kg 中间样品。

如果不是单炉组批,则按 5.1 执行。

6 中间样品的处理和实验室样品的制备

一般在实验室的制样间进行。

6.1 混合批

中间样品经混匀后,用适宜尺寸的二分器进行缩分,或用交替铲取缩分,直到缩分量等于或稍大于表 1 中 N_s 的数值(以 kg 为单位)。

表 1 中的取样量 N_s 是用于重熔和代表性分析的采样量,如果还要保留一定的余料或未重熔的实验室样品,那么在缩分时就将相应数量的颗粒存放在一边。

6.2 单炉组批

将 5.2 制得的中间样品混匀并缩分,直到获得重熔所要求的量。为了保证代表性,每个重熔小锭的质量为 250 g~1 000 g。

7 实验室样品的重熔

应保证实验室样品(棒、丸或小锭)在熔融或浇铸期间,镍或其他待测杂质元素的含量不出现偏差。

实际操作过程中,采用感应加热重熔可以提高速度,一般要求氩气保护。如果提供氩气保护,熔融的样品可以在重熔坩埚中自然冷却和凝固。但是重熔后离心浇铸更好,这样可以保证:

——由于熔融的金属在注入模中时进行了混合,因此产生的样品均匀性好;

——组织结构均一,仪器分析重现性好。在离心浇铸期间最好用氩气保护。

加入一种试剂(例如(1 g~2 g)/kg 的铝屑)以避免试样氧化。最终分析时应考虑试样的稀释,校正镍含量。

8 重熔样品(实验室样品)的应用

8.1 将重熔样品在接近底部平行底面切割,获得厚约为 15 mm~20 mm 的样片。

样片用于仪器分析,计算分析结果平均值。

8.2 钻或铣重熔样品,得到屑状样品,用作碳硫分析和其他元素的化学分析。

8.2.1 屑状样品加工注意事项

加工(最好是切削)时应注意不要污染试样(刀具磨损污染或者被灰尘、油脂污染)。尤其要在干燥条件下加工。

有些种类的镍铁样品很硬,因此需要特别注意选择适宜的刀具和切削条件。

如果将样品预先退火,易加工性将大大提高。

8.2.2 屑状样品的处理

8.2.2.1 洗涤

如果担心屑状样品表面污染(用刀具切削时不可避免受到润滑油、灰尘等的污染),用纯丙酮洗涤两次(或者用纯丙酮洗涤一次,再用纯乙醚洗涤一次)。

排除溶剂,然后在空气中挥发残余溶剂,在 100 °C~110 °C 的烘箱中干燥至少 0.5 h。

8.2.2.2 破碎

如果屑状样品取自单个重熔样品,由于浇铸的样品棒很均匀,没有必要破碎。

如果屑状样品取自多个重熔样品,将样品进行破碎,均匀性和代表性会更好。

实际上,屑状样品的破碎性能取决于:

——镍含量:如果超过 35%,合金具有延展性,难以破碎;

——杂质含量,尤其是碳。高碳镍铁比低碳镍铁更容易破碎。

对于可破碎镍铁,应使用不会造成污染的破碎机,破碎时间为10 s~30 s。要求破碎盘或钵为碳化钨材质,也可用特种耐磨钢材质(不允许使用球式或棒式破碎机)。

对于镍含量小于35%的镍铁,每次破碎时间不超过30 s,直至全部过筛:

——低碳镍铁(LC)用筛孔2.5 mm的筛子;

——中、高碳镍铁(MC和HC)用筛孔0.8 mm的筛子。

8.2.2.3 均匀化和装瓶

当屑状样品来自几个重熔样品时,必须均匀化,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。

低碳镍铁(LC),必须注意所有的操作,以防止产生碳的污染。不接触纸张,纸板,橡胶,软木或塑料;可以使用金属材料 and 铝箔。

装瓶时也要注意这些操作。

中碳和高碳镍铁(MC和HC)样品可以保存在玻璃或铝制的瓶中,或者高质量的厚聚乙烯包中。

利用二分器或样品分配器将样品分成若干份。份数取决于有关方的要求。

最少应为:

- 买方1份;
- 卖方1份;
- 仲裁1份;
- 保留1份。

附录 A
(资料性附录)

一次份样和二次份样数量的选择理由

A.1 总则

以下原因适用于混合批的情况。样品应符合本标准第 3 章中产品定义。

样品的制备程序应考虑以下几方面的情况：

- a) 颗粒样品非常均匀,不管是同一部位的不同粒度,或是同一炉的不同部位,碳、钴、铬、硫和硅等与镍含量无偏差；
- b) 在一个混合批中,一炉与另一炉粒度会有变动；
- c) 如有可能,在不损失镍、钴、铬、硅、硫等元素的情况下,可在氩气下重熔镍铁。但是,碳含量会有轻微的损失。

实际上,已知最大容量的重熔炉为 1 kg,在此基础上,在表 1 中选择 N_s 值。

这些研究主要是针对镍含量展开的,以期得到最好的精密度。

A.2 制样方案

一般原则按图 A.1 进行。

将用到以下符号：

N_p : 一次份样的数量；

V_p : 一次方差,评估一次份样中镍含量分散情况。

一次方差是在买方卸货时,在整批中可观察到轻微的不均匀现象而做的评估。

这个数量是一个综合变动值(如果一次份样非常均匀,则为零)。一般不用理论公式计算,而是在卸货时根据经验观察得到结果。

N_s : 二次份样的数量,重熔小锭的数量。

V_s : 二次方差,评估二次份样中镍含量分散情况(质量 ≤ 1 kg)。

如果原材料由分散的小颗粒组成,或者是将镍含量在一定范围内的多炉样品混合,混合料的最小质量对于二次份样必须要有代表性。

二次方差是天然存在的基本方差,因为块与块之间总是存在成分的变化,即便是晶粒度(或混匀)的非常好。

计算这个量的数学模型应用在镍铁批上,则质量超过 1 kg。这就是多个铸块要进行重熔,以及要对 V_s 和 N_s 进行评估的原因。

V_c 是抽样方差。

公式：

$$V_c = \frac{V_s}{N_s} + \frac{V_p}{N_p} \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

注：中间样品在程序操作里不考虑。在所有其他手工混匀和缩分中只有一个样品。在生产和实验室一次制样的之间传送时,要选择一个合适的量。

如果分析每个重熔的样品小锭,

$$V_{N_i} = \frac{V_s}{N_s} + \frac{V_p}{N_p} + \frac{V_c}{N_s} + V_A + V_L \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中：

V_{Ni} ——数个实验室之间比对时，整个制样和分析过程中镍含量方差；

V_r ——分析精密度的方差；³⁾

V_A ——分析实验员之间的波动方差(分析上的)；

V_L ——多个实验室之间的波动方差(分析上的)。

N_p ：一次份样
(每份 ≥ 20 kg)
($5 \leq N_p \leq 45$)

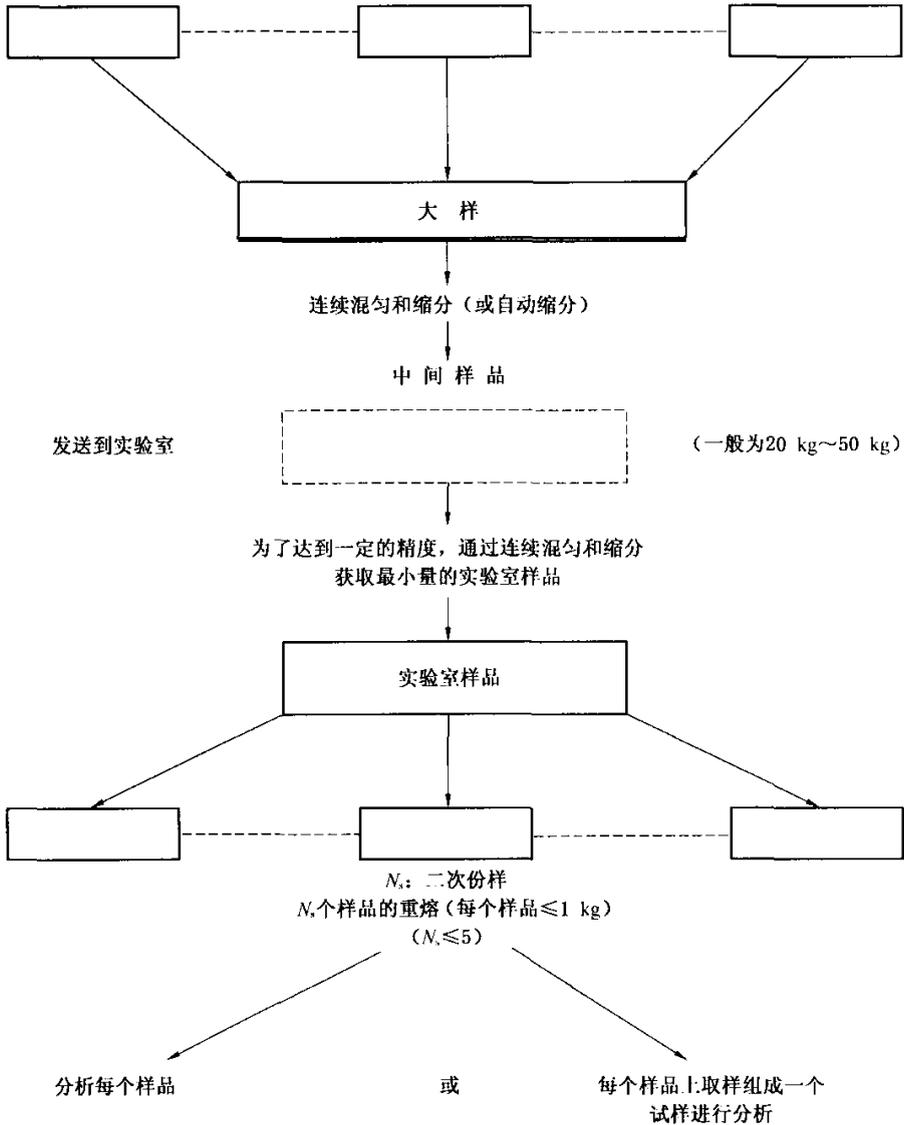


图 A.1 一般制样程序

3) V_r 、 V_A 、 V_L 的具体含义见 GB/T 21933.1—2008 的附录 B。

A.3 一次方差的评估

观察数据由一些生产者在工厂获得样品时或发往用户时获得。

当 $n=5$ 时(镍含量的最大范围), V_p 通常是很小的。

$n=5$ 时保留 $V_p=0.01$, 这明显超过了所有收集到的确定观测值, 因此被认为是安全值。

此外, 也假设: V_p 采用上限值, 当 n 降低时, V_p 随之降低。

为保险起见, 再稍微降低该值, 设 $S_p = \sqrt{V_p}$ 。见表 A.1。

表 A.1 S_p 的变动

n	$S_p = \sqrt{V_p}$	V_p
1	0.06	0.003 6
2	0.07	0.004 9
3	0.08	0.006 4
4	0.09	0.008 1
5	0.10	0.010 0

A.4 二次方差的评估

通过一个数学模型对这种基本方差进行评估, 以获得最后结论。

A.4.1 如果在镍含量和每个颗粒的重量之间没有相关性, 那么, 不同粒度和镍含量的铸锭混和之后对基本方差无影响。

A.4.2 不同铸锭之间方差 V_c 的评估

这种方差是指只由于铸锭之间镍含量的不同导致的变化(不考虑小颗粒的材料组成)。

这个方差有如下公式:

$$V_c = \frac{(n + 2\epsilon)^2}{\alpha} \times \frac{M - N}{M - 1} \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

ϵ ——表示铸锭中镍含量测量的不确定度, 即如果定义 $k\% \sim (k+n)\%$ 这个范围的镍铁组批, 那么就可能为 $(k-\epsilon)\% \sim (k+n+\epsilon)\%$ 。理论范围是 n , 实际范围是 $n+2\epsilon$;

M ——一批中锭的总数量;

N ——一次份样中锭的数量;

α ——是一个系数, 是通过假定的镍含量范围计算得到的数值。如下:

假设情况 1(最差的情况): 铸锭一半处于低限 $(k-\epsilon)\%$, 而另一半处于高限 $(k+n+\epsilon)\%$, 此时 $\alpha=4$;

假设情况 2(稍差的情况): 铸锭中的含量, 在上下限范围内均一的分布, 此时 $\alpha=12$;

假设情况 3(最好的情况): 平均值正态(高斯)分布, 位于范围的中间, 标准偏差位于 $1/6$ 的范围。此时, $\alpha=36$;

实际上, 制造商总是希望将要组批的铸锭集中起来; 正态分布的情况是理论上的; 对一批而言, 假设情况 2 经常出现。

A.4.3 为达到一定的不确定度, 实验室样品质量的评估(基本偏差)

为达到一定的不确定度(用标准偏差 s_s 表示)颗粒镍铁取样数量 N , 满足如下方程:

$$N = \frac{(1 + \vartheta_m^2)V_c}{s_s^2} + \vartheta_m^2 \dots\dots\dots (A.4)$$

在式中参数 ϑ_m 表示颗粒质量 m 的变异系数, 如果所有的颗粒质量都相同, 那么这个系数就不存在

($\vartheta_m = 0$), 这个参数用来说明取样的变异取决于产品粒度的均匀性。大颗粒和小颗粒的并排呈现对样品颗粒的一个总数 N 的基本方差造成不好的影响。

粒度大小分布的对数曲线被用来评估 $1 + \vartheta_m^2$ 的量及下式中的平均粒度质量 \tilde{m} 和 $\sigma_{\ln m}$ 的量。比如, 累计的小粒度比例(或大粒度)作为纵坐标, 粒度大小的对数作为横坐标,

$$E(m) = \tilde{m} \exp\left(-\frac{\sigma_{\ln^2 m}}{2}\right) \dots\dots\dots (A. 5)$$

如果质量小于 \tilde{m} 的粒度, 占了整个产品质量的 50%, 因此, 质量大于 \tilde{m} 的粒度也占了总量的 50%, 颗粒质量 \tilde{m} 就可以根据切割后的粒度得到, 也有相同的比例。同样, 颗粒质量对数的标准偏差 $\sigma_{\ln m}$, 可以从粒度大小分布曲线的斜率得到。

最后, ($1 + \vartheta_m^2$) 可以由 $\sigma_{\ln m}$ 按下式得到:

$$1 + \vartheta_m^2 = \exp(\sigma_{\ln^2 m})$$

从式(A. 4)和(A. 5), 为了使二次份样有代表性, 取颗粒样品的质量 M_c :

$$M_c = N \cdot E(m) \dots\dots\dots (A. 6)$$

$$M_c = \tilde{m} \left(\frac{(1 + \vartheta_m^2)V_c}{s_s^2} + \vartheta_m^2 \right) \exp\left(-\frac{\sigma_{\ln^2 m}}{2}\right) \dots\dots\dots (A. 6a)$$

相对的, s_s^2 可以用方程式(A. 6a)中 M_c 的形式表示。如果 s_s^2 小与 V_c 有关, 一般来说是这样的, 式(A. 4)⁴⁾中第二个元素的第二种形式就可忽略不计, 那么就有如下关系式:

$$s_s^2 = \frac{\text{常量}}{M_c} \dots\dots\dots (A. 7)$$

因为, 参数 $\tilde{m}, \sigma_{\ln m}, \vartheta_m$ 和 V_c 为已经制样的产品的特征常量。

作为近似值, 所要求小锭的数量可以由式(A. 6a)中的 M_c (任意形式) 和重熔得到的小锭的质量 M_1 得来:

$$N_s = \frac{M_c}{M_1} \dots\dots\dots (A. 8)$$

很明显, 比值 M_c/M_1 是向上进位取整。

A. 5 实例应用

表 A. 2 给出各个铸锭之间方差 V_c 的变化值。

表 A. 3 给出在假定一个大范围内的 N 和 M_c 值。

份样 N_p 和 N_s 的值在表 A. 1 中, 由下式推导出,

$$V_c = \frac{(n + 2\epsilon)^2}{24} \dots\dots\dots (A. 9)$$

有:

$$\alpha = 24^{5)}$$

$$1 + \vartheta_m^2 = 4.5^{6)}$$

$$\epsilon = 0.10$$

4) 换句话说, 在此情况下, ϑ_m^2 与 $\frac{(1 + \vartheta_m^2)V_c}{s_s^2}$ 相比可忽略不计。

5) $\alpha = 12$ (见 A. 4. 2) 相当于是由多炉组成一批时一种不利的假设情况, $\alpha = 36$ 相当于是一种正态的假设情况, $\alpha = 24$ 是为了保险起见而采用的一个中间值。

6) 这些数值相对于一个非常大的粒度范围, 这个粒度范围不能超过正常的产品粒度 ($d_{50} = 12 \text{ mm}, d_{95} = 25 \text{ mm}$)。

表 A.2 各个铸锭之间方差 V_c 的变动

一批中铸锭成分含量的分布假定情况 镍含量				
$\epsilon = 0.10$	在上下限等同分布	整个范围内的 均匀分布	中间分布	正态分布
$V_c =$	$\frac{(n+2\epsilon)^2}{4}$	$\frac{(n+2\epsilon)^2}{12}$	$\frac{(n+2\epsilon)^2}{24}$	$\frac{(n+2\epsilon)^2}{36}$
$n=1$	0.360	0.120	0.060	0.040
$n=2$	1.210	0.403	0.202	0.134
$n=3$	2.560	0.853	0.426	0.284
$n=4$	4.410	1.470	0.735	0.490
$n=5$	6.760	2.253	1.127	0.751

表 A.3 N 和 M_c 的变动

范围 大小	颗粒大小 分布假设	镍含量分布范围							
		$V_c = \frac{(n+2\epsilon)^2}{4}$		$V_c = \frac{(n+2\epsilon)^2}{12}$		$V_c = \frac{(n+2\epsilon)^2}{24}$		$V_c = \frac{(n+2\epsilon)^2}{36}$	
		N	M_c (kg)	N	M_c (kg)	N	M_c (kg)	N	M_c (kg)
$n=1$	G-1	475	0.636	160	0.214	81	0.109	55	0.073
	G-2	740	1.68	249	0.566	127	0.288	86	0.194
	G-3	614	3.34	207	1.12	105	0.571	71	0.387
$n=2$	G-1	1 590	2.13	531	0.712	267	0.358	178	0.239
	G-2	2 477	5.62	828	1.90	417	0.947	278	0.631
	G-3	2 055	11.18	687	3.74	346	1.88	231	1.25
$n=3$	G-1	3 361	4.50	1 119	1.50	559	0.749	375	0.502
	G-2	5 237	11.89	1 748	3.97	875	1.99	585	1.33
	G-3	4 345	23.64	1 450	7.89	726	3.95	485	2.64
$n=4$	G-1	5 788	7.76	1 931	2.59	967	1.30	645	0.864
	G-2	9 018	20.47	3 009	6.83	1 506	3.42	1 006	2.28
	G-3	7 483	40.71	2 496	13.58	1 249	6.80	834	4.54
$n=5$	G-1	8 871	11.89	2 958	3.96	1 481	1.98	988	1.32
	G-2	13 822	31.37	4 609	10.46	2 308	5.24	1 539	3.49
	G-3	11 468	62.39	3 824	20.80	1 915	10.42	1 277	6.95

N : 所取颗粒的数量;

M_c : 为了使 $s_s=0.05$ 和 $V_c=0.0025$, 实验室样品的质量;

$\epsilon=0.10$

按照三种假设情况进行计算;

G-1: 有利的假设;

G-2: 一般的假设;

G-3: 非常不利的假设。

1 kg 小锭(或取 1 000 g 为例)的质量

$$E(m) = 2.0g$$

则有

$$V_s = s_s^2 = 0.375 \times 10^{-3} (n + 0.2)^2$$

见表 A. 4 中显示计算值。

表 A. 4 V_s 的变动

n	V_s	s_s
1	0.000 54	0.023 2
2	0.001 83	0.042 6
3	0.003 84	0.062 0
4	0.006 62	0.081 3
5	0.010 14	0.100 7

一次和二次份样数(N_p 和 N_s)的选择

在附录 A. 2 中,式(A. 1)显示这种方差 V_e 是由于取样的影响,有下式:

$$V_e = \frac{V_p}{N_p} + \frac{V_s}{N_s} \dots\dots\dots (A. 10)$$

为制样的方差 V_e ,取一个可接受的值,已知一次方差 V_p ,二次方差 V_s ,就可以确定一次份样数 N_p 和二次份样数 N_s 的可接受的值。

出于贸易的考虑,就希望使制样的方差 V_e 尽可能的小。然而,使制样的方差小于分析方法的方差没有意义。分析方法的方差(分析者之间,实验室内和实验室间)一般在 0.002 5~0.010 之间,因此有理由为制样方差设定一个目标值,约为 0.002 5 或者更低。

$$V_e = \frac{V_p}{N_p} + \frac{V_s}{N_s} \leq 0.002 5 \dots\dots\dots (A. 10a)$$

V_p 的值见表 A. 1, V_s 的值见表 A. 4,在两个表中,可看出方差取决于镍含量的范围 n 。把两个表合在一起如下。

n	V_p 表 A. 1	V_s 表 A. 4
1	0.003 6	0.000 54
2	0.004 9	0.001 82
3	0.006 4	0.003 84
4	0.008 1	0.006 62
5	0.010 0	0.010 14

显然,当 V_p 和 V_s 固定时,等式(A. 10a)允许 N_p 和 N_s 的选择范围很大,所以,表 A. 5 给出推荐值。

表 A. 5 一次份样和二次份样的推荐值(使 V_e 小于 0.002 5)

镍变动范围 N	一次方差 V_p	二次方差 V_s	推荐份样数		计算的制样方差 V_e
			一次 N_p	二次 N_s	
1	0.003 6	0.000 54	5	1	0.001 26
2	0.004 9	0.001 82	10	2	0.001 40
3	0.006 4	0.003 84	15	3	0.001 71
4	0.008 1	0.006 62	20	4	0.002 06
5	0.010 0	0.010 14	30	5	0.002 36

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) 对抽样的样本进行定义;
- 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 由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.1 是一个随机数表的实例,这些随机数在本标准中可以找到一些具体情况。

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:

10 275
28 415
34 214
61 817
等等

这些数字是:0.212 75... 0.284 15... 0.342 14... 0.618 17,等等。

注:在表 B.1 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 就标记了从包含 M 个对象的总体中抽取的 N 个样本。

在这个过程中如果 E_i 有相同的结果,那么就增加另外的 x_i 值,直到获得 N 个不同的 E_i 值。

B.2.2 按规则定期取样

在本方法中,提供的 M 个样本中组成 N 个,不是所有这些项目的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,虽然任何指定的样本(至少接近)成为样品一部分的概率相同。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,如果这个除法式还有余数就忽略了,比如 $R(R < N)$ 。

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 ,组成样品的项目用整数来定义:

$$H_1Q + H_22Q + H_3 \dots (N-1)Q + H$$

从中可以看出,用这个方法 $(M-NQ)$ 个项目被忽略了,在随机数表中只有一个描述是必要的。因为被描述项目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方差,有必要指定理论公式来计算。除非这些项目是精心搭配的,而实际上这是非常困难的。

B.3 N 个确定样本的抽取

在一批 M 个样本中的 N 个,理论上由整数 E_1, E_2, \dots, E_N 确定,制样按自然操作继续执行,但不要忽视以下情况,即这些样本一般没有可以识别的标志。这些样本有卡车、敞车、集装箱、桶等等,它们可以从 1 到 M^N 编号,然后由整数 E_1, \dots, E_N 表示的 N 个项目,按照 5.1.2 或 5.1.3 描述的过程进行取样,然后执行第 6 章及接下来的部分。

表 B.1 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 50 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 08	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 28 04 67 53	95 79 88 37 31	50 41 06 94 76	81 83 17 16 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 16 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

7) 术语“样本”(item)是统计上的一个概念,用于标明各种不同的条件形式。

表 B.1 (续)

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 62	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 58 47 70 93	85 81 56 39 38
05 90 35 89 95	01 61 16 96 94	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 36 95 90	18 48 27 45 68	27 23 65 30 72
91 43 05 96 47	55 78 99 95 24	37 55 85 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)
钻和磨的技术条件

C.1 概述

小块镍铁的硬度会有相当大的变化,取决于镍含量的级别,特别是其他元素的含量(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),则认为小块镍铁是非常硬的。

也可使用切片工具。在使用切片工具时需要谨慎选择。切片是非常困难的,因为需要一直保持干燥以避免任何污染。

注意:钻和磨加工是最常用的手段。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。这种设备速度比较慢。

C.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)。实际操作过程根据金属硬度和晶粒结构而定。比如,回火一般对硬度超过 180 维氏硬度的情况有用,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:

将小块或片在高温炉中,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,小块或片试样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,减少了试样表面的氧化,脱碳层有 0.5 mm~1 mm 厚,不管炉内是什么气氛。切片的表面经过热处理之后不能使用。从表面往下 2 mm~3 mm 需要切掉,余下的保留,或者加工切片时,表面 2 mm~3 mm 得到的试样要抛弃。

C.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,这样由工具导致的碎屑污染可以尽可能的降低。表 C.1 是 ISO 4975 中高速工具钢的列表。

对于高碳、铬和钴含量的试样,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 V)经验表明,工具中含钴量大于或等于 7.5% 是不可缺少的;S11 型是最合适的。

对低硬度镍铁,如 S12 型,含大约 5% 的钴就可以满足条件。

表 C.1 高速工具钢

类型	S9	S10	S11	S12
名称	HS 12-1-5-5	HS 10-4-3-10	HS 2 9 1-8	HS 7-4-2-5
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:需要选择的类型能够耐磨和有韧性,避免工具摩擦或破裂。因此可以从 ISO 513 所列的 M10, M20, M30 类型中选择。

注意:本条款中的数据仅供参考。这些资料来源于在该领域有实践经验的实验室。

C.4 其他注意事项

切片工具和试样加工间的震动应尽可能避免。

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)。小螺旋角也是有利;比如,15°螺旋角的钻头对应于标准 30°螺旋角的钻头更有益于减少震动。

使用锥柄钻头(莫氏锥度座 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。

不管是哪种情况,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

C.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,试样不能经过加工硬化;正常操作刀具是必要的,避免震动,磨损和非正常加热。

必须考虑表 C.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:

$$V_1 = \frac{\pi DN}{1\,000}$$

$$\alpha = \frac{V_2}{N_d}$$

(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 C.3 给出了推荐规范的例子。对低硬度的金属加工,表 C.3 中给出的最大值可能会增大。

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 为 30 r/min~100 r/min 钻取

40 r/min~100 r/min 磨

V_2 为 3~10 钻取

5 mm/min~20 mm/min 磨

表 C.2 推荐参数

符号	参数	测量单位
N	刀具转速	r/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 C.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

C.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屑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。

C.6.1 高速钢钻头

直径:15 mm~20 mm;

莫氏锥度: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。

C.6.2 碳化物钻头

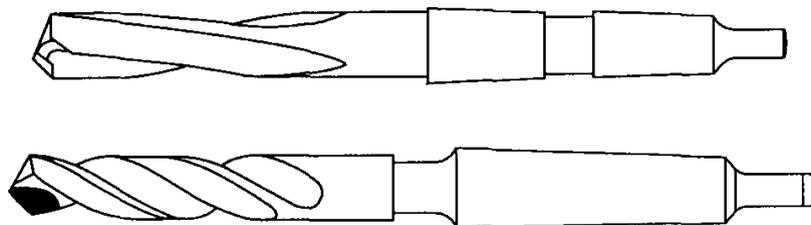


图 C.1 碳化物钻头

直径:大约 15 mm;

可用长度:约 35 mm;

莫氏锥度: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 $2^{\circ}\sim 5^{\circ}$;

钻头刃:3 倾角,后角、后间隙角和修磨横刃。

在 C. 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。碳化物末端的 Steel land wear 非常重要,由于堵塞在孔洞里的碎屑产生摩擦力。

C. 6. 3 油孔钻头(见表 C. 4 和图 C. 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 C. 6 所示的碎屑接收器,应用于碎屑钻取技术。

表 C. 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。

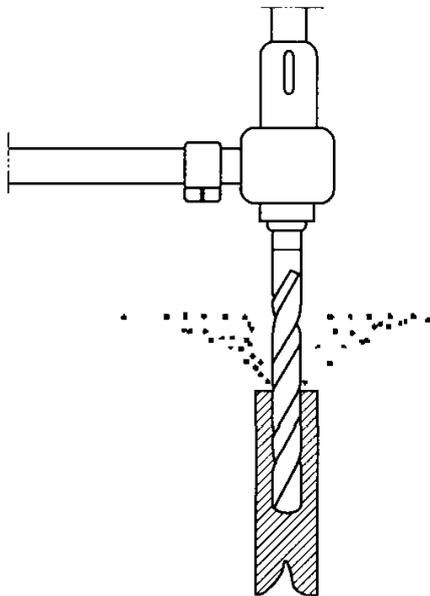


图 C. 2 油孔钻

C. 6.4 碎屑铣刀

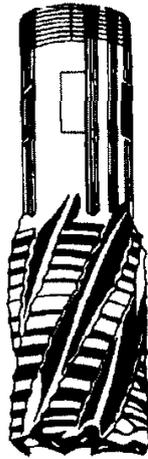


图 C.3 碎屑铣刀

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。

C. 6.5 端头铣刀



图 C.4 端头铣刀

直径:20 mm~50 mm;
 莫氏锥度: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。

C.6.6 模制铣刀头

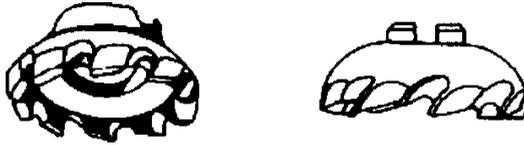


图 C.5 模制铣刀头

直径:50 mm~80 mm;
 齿(凹槽)数:6 或者 10;
 可用长度:10 mm~15 mm;
 后角: $4^{\circ}\sim 6^{\circ}$;
 前角: $2^{\circ}\sim 5^{\circ}$;
 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)。

注意:在用于镍铁加工时,碳化钨铣刀比钢制铣刀寿命短。

C.7 钻屑收集装置

如图 C.6 所示的装置可能用于收集试样,当使用压缩空气动力(见 C.6.3)时比较适用。这种装置的材料不能对试样产生污染。

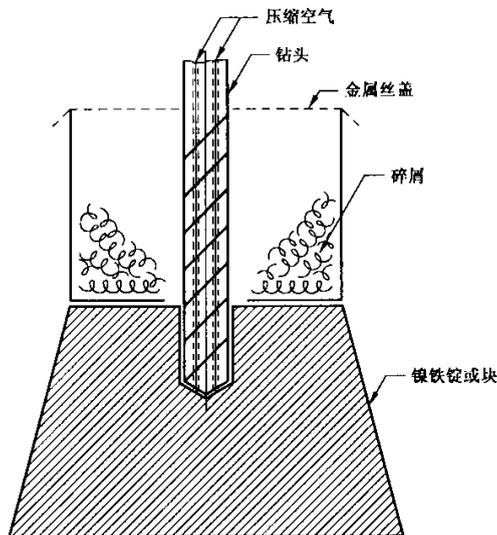


图 C.6 钻屑收集装置(适用于压缩空气动力的油钻钻头)

GB/T 25051—2010/ISO 8049:1988

参 考 文 献

ISO 513:1975 切削加工用硬切削材料的用途——切屑形式大组和用途小组的分类代号
ISO 4957:1980 工具钢
