

铁合金化学分析用试样的采取和制备

代替 GB 4010 83
GB 4332 84

Ferroalloys-sampling and preparation of
samples for chemical analysis

本标准参照采用国际标准 ISO 4552 : 1987《铁合金——用于化学分析的取样和制样》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用于化学分析的铁合金产品试样的采取和制备方法及有关精确度要求。
本标准适用于铁合金产品的复验和仲裁。

2 引用标准

GB/T 13247 铁合金产品粒度的取样和检测方法

3 取样工具

3.1 取样铲

取样铲见图 1, 取样铲的尺寸见表 1。

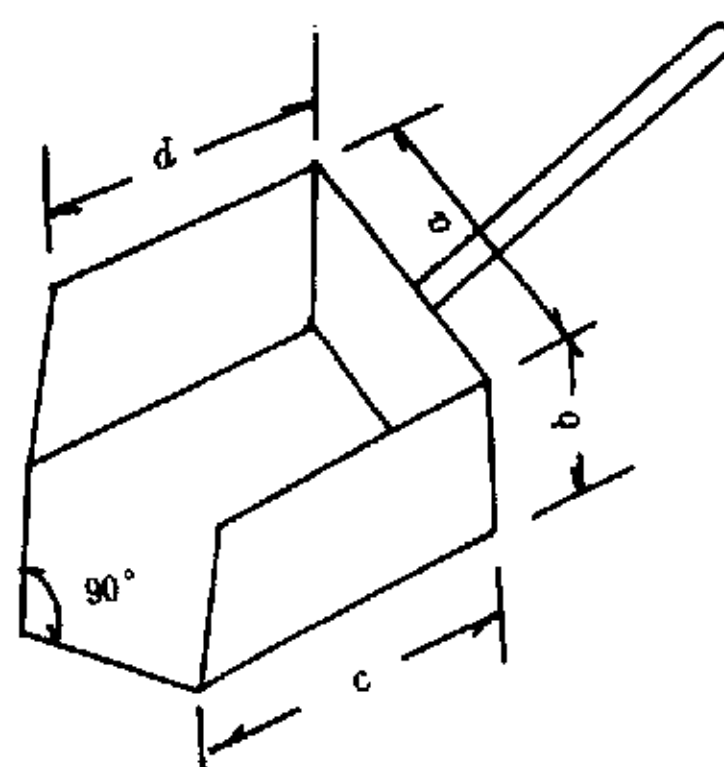


图 1

表 1

额定最大粒度, mm		尺寸, mm				材料厚度 mm	a/c	b/c
>	≤	a	b	c	d			
100	150	350	140	350	300	2	1.0	0.40
50	100	250	110	250	220	2	1.0	0.44
20	50	150	75	150	130	2	1.0	0.50
	20	60	35	60	50	1	1.0	0.58

注：额定最大粒度大于 150 mm 时，手工捡拾份样或砸取份样。

3.2 取样钎

取样钎见图 2:

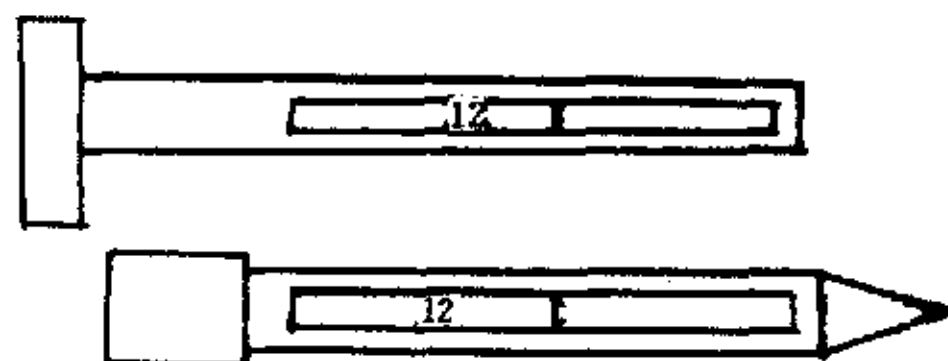


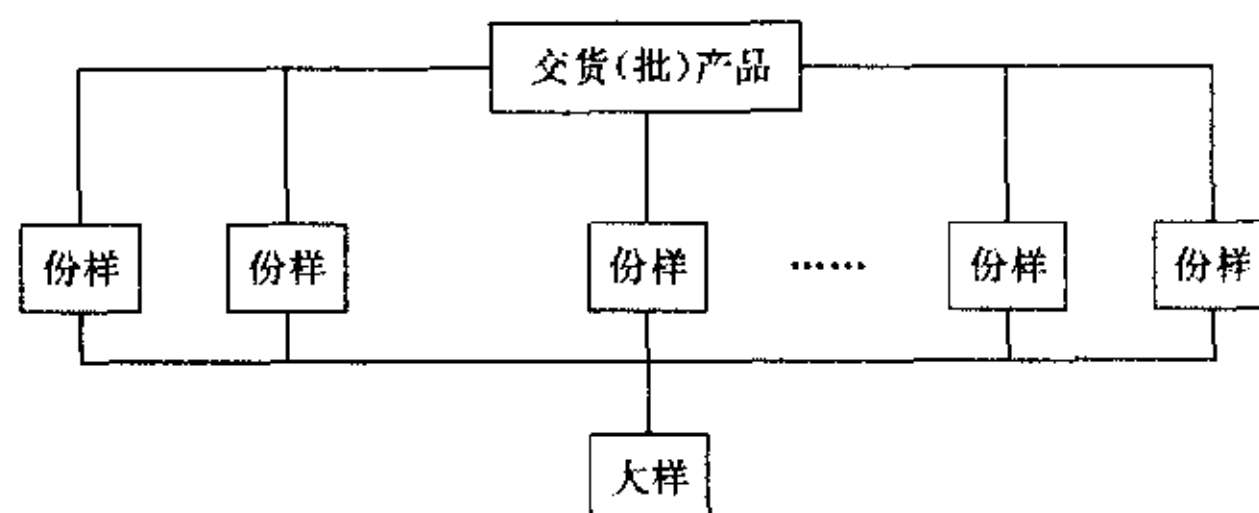
图 2

材料及规格:无缝钢管

外套:外径 35 mm,壁厚 2 mm;

内套:外径 30 mm,壁厚 2 mm。

取样钎适用于最大粒度不大于 4 mm 的铁合金产品包装件取样,取样钎的有效长度应大于包装件对角线的 80%。

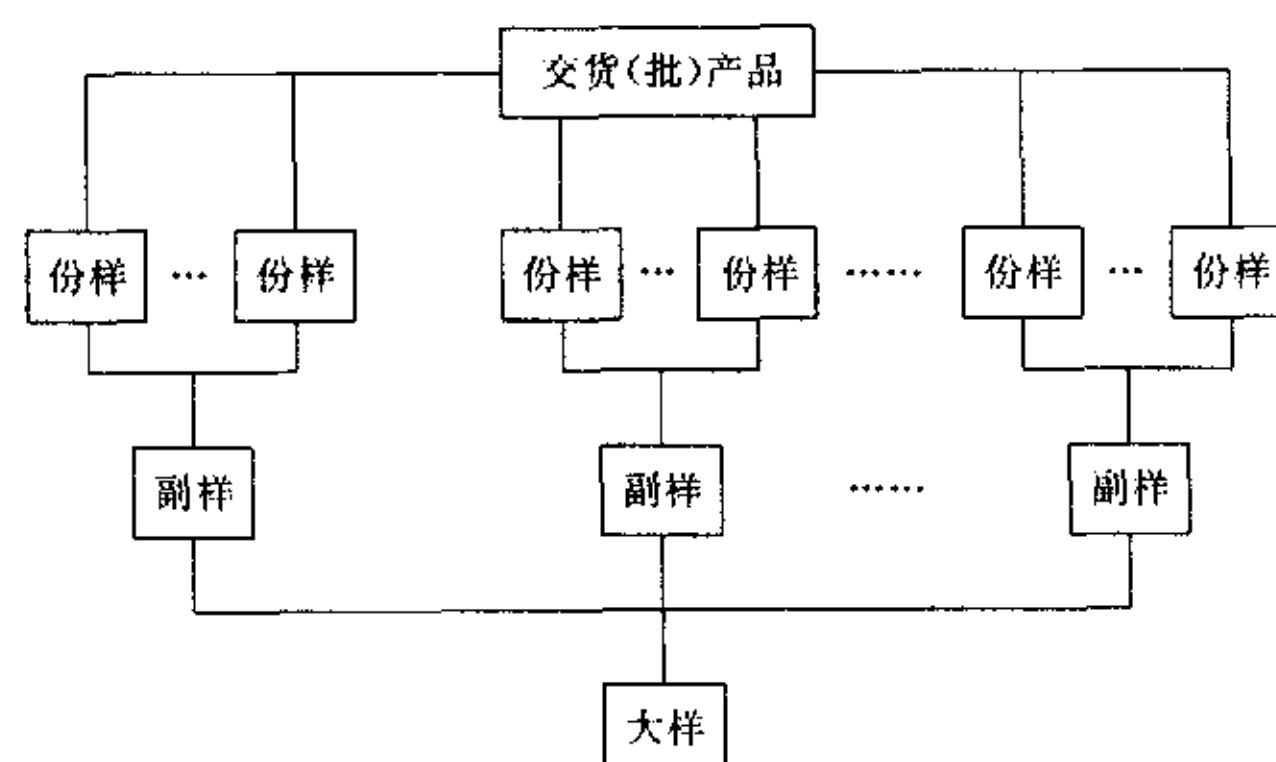


4 大样组成及缩分

4.1 大样组成方式

4.1.1 直接组成大样方式。

4.1.2 先组成副样,再组成大样。



4.2 大样的缩分

4.2.1 粒度小于 10 mm 的试样将被缩分。

4.2.2 试样缩分的设施应彻底清扫。用一定量的同种铁合金通过它们一次或更多次。

4.2.3 缩分前,试样应完全充分混合不少于 3 次。

4.2.4 缩分方法

4.2.4.1 圆锥四分法。

4.2.4.2 网格缩分法。

4.2.4.3 二分器法。

4.2.4.4 格条缩分器法。

4.2.5 缩分程序

4.2.5.1 圆锥四分法缩分程序：

a. 将被缩分的试样放在干净的钢板上堆成圆锥形。

b. 改变位置,用铲将试样依次堆在另一个圆锥的顶点,尽可能使大样均匀地落于锥体底部。应用这种方法将原来的圆锥体的试样完全转移完为止。随后按此操作再作一次。

c. 用铲或板将第三次圆锥形试样从圆锥顶垂直按下,将试样压平。压平试样时,使铲或板的中心与圆锥形试样的中心点重合。

d. 将被压平的圆台形试样,在其中心部位用两条垂直相交的线分开,分成四等份。将两对角的部份试样作为缩分试样,另两份舍掉。

e. 按上述 a~d 的步骤操作,直至达到要求的数量为止。

4.2.5.2 网格缩分程序：

4.2.5.2.1 缩分铲的大小,按表 2 相应试样全通过的粒度选择。

表 2

试样全通过的粒度,mm		摊开试样的 厚度,mm	缩分铲尺寸,mm					b/c
>	≤		a	b	c	d	材料厚度	
5.00	11.2	25~35	60	35	60	50	1	0.58
2.80	5.00	20~30	50	30	50	40	1	0.60
1.00	2.80	15~25	40	25	40	30	0.5	0.62
0.25	1.00	10~15	30	20	30	25	0.5	0.67
	0.25	5~10	15	10	15	12	0.3	0.67

注：① 表 2 所规定的尺寸见图 1。

② 将图 1 的取样铲切断前部,成为平头铲后用于缩分。

4.2.5.2.2 缩分步骤

a. 将试样置于平滑的平面上(例如钢板上)摊开成平整的长方形,其厚度按表 2 规定。

b. 将此长方形的试样等分成不少于 20 个网格。

c. 根据试样全部通过的粒度,选择表 2 中相应的缩分铲。

d. 从等分的各网格中取出一满铲试样,将所取试样集中作为缩分样。取样时将铲挡板垂直插入试样,一直将铲插到试样底部,这样容易取出试样。

e. 所取的缩分样比所需的试验样的重量少时,或者选用大的缩分铲,或者增加取样次数。

4.2.5.3 二分器法和格条缩分器法根据设备使用说明书进行操作。

5 易破碎铁合金的取样和制样

5.1 供货化学组成的综合精度

供货化学组成的置信度为 95%时,其综合精确度见表 3 及表 4。

表 3

交货批量 t		综 合 精 确 度 B _{SDM} %						
		FeCr (易破碎)	FeCrSi		FeSi	FeMnSi		FeMn GFeMn
>	≤	Cr		Si			Mn	
5 000		0.77	0.63	0.65	0.90	0.48	0.56	0.55
2 500	5 000	0.78	0.64	0.65	0.91	0.49	0.57	0.56
1 000	2 500	0.78	0.64	0.66	0.91	0.49	0.57	0.56
500	1 000	0.79	0.65	0.67	0.92	0.50	0.58	0.57
250	500	0.79	0.65	0.68	0.93	0.50	0.59	0.58
100	250	0.81	0.67	0.69	0.94	0.51	0.60	0.59
50	100	0.82	0.68	0.70	0.95	0.53	0.61	0.60
25	50	0.83	0.70	0.73	0.97	0.54	0.63	0.62
10	25	0.88	0.76	0.80	1.02	0.59	0.69	0.67
5	10	0.92	0.80	0.85	1.06	0.63	0.73	0.70
	5	0.97	0.86	0.92	1.12	0.68	0.79	0.76

表 4

交货批量 t		综 合 精 确 度 $B_{SDM}\%$					
		FeP	JMn DJMn		CaSi		FeB
>	≤	P	Mn	S	Ca	Si	B
100					0.64	0.63	
50	100				0.65	0.64	
20	50				0.67	0.64	
10	20	0.56	0.62	0.003	0.68	0.65	0.61
5	10	0.58	0.62	0.003	0.69	0.68	0.63
3	5	0.59	0.64	0.004	0.70	0.69	0.65
1	3	0.60	0.64	0.004	0.71	0.71	0.68
0.5	1	0.61	0.64	0.004	0.73	0.71	0.70
	0.5	0.63	0.65	0.004	0.75	0.72	0.72

5.2 份样量

份样的最小量与该批货物额定最大粒度的对应关系,应符合表 5 的规定。

表 5

额定最大 粒度,mm		份 样 的 最 小 量,kg								
		FeCr (易破碎)	FeCrSi	FeSi	FeMnSi	FeMn GFeMn	FeP	JMn DJMn	CaSi	FeB
>	≤									
100		8.0	5.0	8.0	8.0	8.0	5.0	0.3	6.0	6.0
75	100	8.0	5.0	4.0	8.0	8.0	4.0	0.3	5.0	5.0
50	75	4.0	3.0	4.0	4.0	4.0	3.5	0.3	4.0	4.0
35	50	4.0	3.0	1.5	4.0	4.0	2.5	0.3	2.0	3.0
25	35	1.5	1.0	1.5	1.5	1.5	1.5	0.3	1.0	1.5
10	25	1.5	1.0	1.0	1.5	1.5	1.0	0.3	0.5	1.0
	10	1.0	0.5	0.5	1.0	1.0	1.0	0.3	0.5	0.5

5.3 份样数与取样精确度

最少份样数及取样精确度应符合表 6 及表 7 的规定。

表 6

交货批量 t		最少 份样 数 个	取 样 精 确 度 B,%						
			FeCr (易破碎)	FeCrSi	FeSi	FeMnSi	FeMn GFeMn		
>	≤		Cr	Si	Mn				
5 000		33	0.28	0.28	0.31	0.31	0.23	0.26	0.24
2 500	5 000	30	0.29	0.29	0.33	0.33	0.24	0.27	0.25
1 000	2 500	28	0.30	0.30	0.34	0.34	0.25	0.28	0.26
500	1 000	25	0.32	0.32	0.36	0.36	0.26	0.30	0.28
250	500	23	0.33	0.33	0.38	0.38	0.27	0.31	0.29
100	250	20	0.36	0.36	0.40	0.40	0.29	0.33	0.31
50	100	18	0.38	0.38	0.42	0.42	0.31	0.35	0.33
25	50	15	0.41	0.41	0.46	0.46	0.34	0.39	0.36
10	25	10	0.51	0.51	0.57	0.57	0.41	0.47	0.44
5	10	8	0.57	0.57	0.64	0.64	0.46	0.53	0.49
	5	6	0.65	0.65	0.73	0.73	0.53	0.61	0.57

表 7

交货批量 t		最少 份样 数 个	取 样 精 确 度 $B_s\%$					
			FeP	JMn DJMn		CaSi		FeB
>	≤		P	Mn	S	Ca	Si	B
100		28				0.30	0.36	
50	100	24				0.32	0.39	
20	50	20				0.36	0.39	
10	20	17	0.26	0.32	0.002	0.37	0.40	0.22
5	10	14	0.29	0.33	0.002	0.39	0.45	0.28
3	5	11	0.31	0.37	0.003	0.41	0.47	0.33
1	3	9	0.34	0.37	0.003	0.43	0.49	0.37
0.5	1	7	0.36	0.37	0.003	0.46	0.49	0.41
	0.5	5	0.38	0.38	0.003	0.50	0.51	0.45

5.4 取样方法

5.4.1 散装取样

5.4.1.1 手工取样

在组成一批货物中,根据铁合金的粒度组成确定手工捡拾份样或砸取份样或使用取样铲取份样。手工捡拾或砸取份样可采用随机取样法或系统取样法,份样数应符合表 6、表 7 的规定,份样量应大致相同且满足表 5 的要求。使用取样铲取份样时,首先根据铁合金的粒度组成和批量大小确定取样铲,其次采用随机取样法或系统取样法取份样,份样数应符合表 6、表 7 的规定,份样量应大致相同且满足表 5 的要求。

5.4.1.2 机械取样

机械取样时,可采用随机取样法或系统取样法,份样数应符合表 6、表 7 的规定,份样量应大致相同且满足表 5 的要求。

5.4.2 包装件取样

包装件取样通常采用两步取样法,在取样过程中可采用随机取样或系统取样。当表 6、表 7 规定的份样数少于供货批包装件数时,至少应选取与份样数相同的包装件,从每个包装件内各取一个份样。表 6、表 7 规定的份样数大于供货批包装件数时,可在每个包装件内选取 2 个或 2 个以上的份样,份样量应大致相同且符合表 5 的要求。

5.4.3 当额定最大粒度大于 150 mm 时,可在选取的包装件内,用手工捡拾或砸取份样;当额定最大粒度不大于 150 mm 时,可在所选取的包装件内,用符合表 1 的取样铲取份样(也可手工捡拾份样);当额定最大粒度不大于 4 mm 时,可在所选取的包装件内用符合 3.2 的取样钎取份样。

5.4.4 用样钎取样时,应先将取样钎槽口关闭,斜插入打开的包装件内,插入深度应大于包装件对角线的 80%。转动内钎,打开槽口让粉剂能顺利地进入取样钎内,再关闭槽口,取出取样钎,将钎内的试样作为一个份样,所取的每个份样重量大致相等,其份样数和份样量满足表 5~7 的有关规定。

5.5 试样制备

5.5.1 试样制备的精确度

供货化学组成的置信度为 95% 时,试样制备的精确度见表 8。

表 8

品 种	FeCr (易破碎)	FeCrSi		FeSi	FeMnSi		FeMn GFeMn	FeP	JMn DJMn		CaSi		FeB
特性元素	Cr		Si			Mn		P	Mn	S	Ca	Si	B
制样精确 度 B _D %	0.4	0.4	0.4	0.6	0.3	0.3	0.3	0.3	0.15	0.001	0.40	0.32	0.40

5.5.2 试样破碎后要求全部过筛,根据试样的最大粒度,决定缩分后所留最小试样量见表 9。

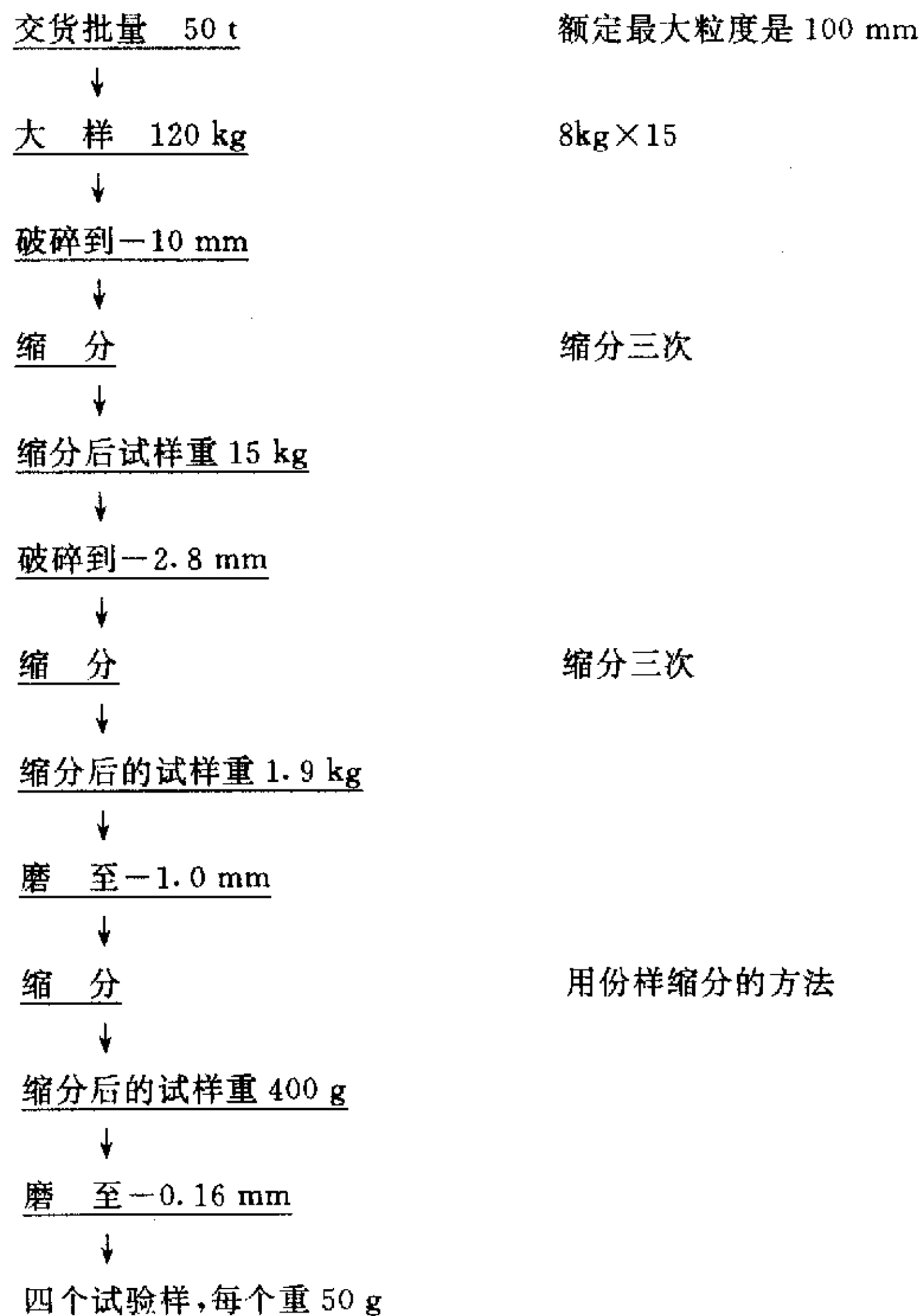
表 9

试样最大粒度,mm	缩分后试样最小重量,kg
10.0	15.0
5.0	3.0
2.8	1.5
1.0	0.400
0.250	0.200

5.5.3 用于化学分析的试验样的重量不应小于 50 g,试验样的最大粒度不应大于 0.16 mm。

注:分析试样的最大粒度遵循相应的分析方法要求研制。

附:FeSi 试验样制备(实例)图:



6 不易破碎铁合金的取样和制样

6.1 供货化学组成的综合精确度

供货化学组成的置信度为 95% 时, 其综合精确度见表 10。

表 10

FeCr(不易破碎)			JCr		
交货批量 t		综合精确度 $B_{SDM}\%$	交货批量 t		综合精确度 $B_{SDM}\%$
>	≤	Cr	>	≤	Cr
5 000		0.68			
2 500	5 000	0.69			
1 000	2 500	0.69			
500	1 000	0.70			
250	500	0.70			
100	250	0.71			
50	100	0.73	5	10	0.42
25	50	0.75	3	5	0.42
10	25	0.78	1	3	0.42
5	10	0.82	0.5	1	0.44
	5	0.87		0.5	0.44

6.2 份样量

不易破碎的铁合金, 从每个样块钻取的份样量应不小于 20 g。

6.3 份样数及取样精确度

对于不易破碎铁合金, 其取样最少块数及取样精确度见表 11。

表 11

FeCr(不易破碎)				JCr			
交货批量 t		最少 块数 个	取样精确 度 $B_s\%$	交货批量 t		最少 块数 个	取样精确 度 $B_s\%$
>	≤		Cr	>	≤		Cr
5 000		39	0.26				
2 500	5 000	36	0.27				
1 000	2 500	33	0.28				
500	1 000	29	0.30				
250	500	27	0.31				
100	250	24	0.33				
50	100	19	0.37	5	10	14	0.07
25	50	16	0.40	3	5	11	0.07
10	25	12	0.46	1	3	9	0.07

续表 11

FeCr(不易破碎)				JCr			
交货批量 t		最少 块数 个	取样精确 度 $B_s\%$	交货批量 t		最少 块数 个	取样精确 度 $B_s\%$
>	≤		Cr	>	≤		Cr
5	10	9	0.53	0.5	1	7	0.13
	5	8	0.60		0.5	5	0.13

注：对不易破碎铬铁包装供货时，取样最少块数按表 11 增加 50%。

6.4 取样方法

6.4.1 散装取样

在组成一批货物中，根据铁合金的批量大小，确定取样块数（表 11），采用随机取样法或系统取样法选取取样部位，手工捡拾或砸取一块合金，每块合金钻取的份样量应符合 6.2 要求，并大致相同。

6.4.2 包装件取样

包装件取样通常采用两步取样法，在取样过程中，可采用随机取样或系统取样。当表 11 规定的块数不大于供货批包装件数时，至少应选取与规定的块数相同的包装件，再从所选取的每个包装件内各取一块合金。当表 11 规定的块数大于供货批包装件数时，可在每个包装件内选取两块或两块以上合金，每块合金钻取的份样量大致相等，且符合 6.2 的要求。

6.5 制样方法

6.5.1 试样制备的精确度：

供货化学组成的置信度为 95% 时，试样制备的精确度见表 12。

表 12

品 名	FeCr(不易破碎)	JCr
特性元素	Cr	
制样精确度 $B_p\%$	0.6	0.12

6.5.2 中、低、微碳铬铁及氮化铬铁、金属铬的制样方法：

在样块的断面随机选取钻取点，钻取点的边缘应离铬铁锭表面 5 mm 以上，钻取过程中应用流水冷却钻头，每次钻样时间不应过长，防止试样过热氧化。试样湿润时须烘干，温度控制在 100℃ 以下。烘干的试样首先用 0.154 mm 筛网过筛弃去筛下物，以除去外来夹杂，或磁性吸附的办法除外来夹杂，对分级批组成的试样应研磨，时间不大于 30 s，研磨后试样长度不大于 1.6 mm。混匀，然后缩分，用于化学分析的每个试验样的重量不应小于 50 g。

6.5.3 真空铬铁的制样方法：

首先将每块铬铁砖用水浸泡，取出后用钢刷刷净表面外来夹杂。然后在每块砖的立侧面对角线上等距离钻取重量大致相等的三点试样，钻取深度为整块砖厚度的 1/2，用钢刷把试样刷入钢质器皿中，烘干、混匀，用无碳器具研磨，使其全部通过 0.28 mm 筛网，然后，从每块砖的混匀后的份样中称取相同重量的试样再混匀、缩分。注意缩分必须在不锈钢板上进行，用于化学分析用的每个试验样的重量不应少于 50 g。

7 钛铁、钼铁、钨铁、铌铁、钽铁、钒铝合金、稀土硅铁合金、稀土镁硅铁合金、氧化钼块、铌锰铁合金的取样和制样

7.1 供货化学组成的综合精确度：

供货化学组成的置信度为 95% 时，其综合精确度见表 13。

表 13

交货批量 t		综 合 精 确 度 B _{50M} %												
		FeTi	FeMo	FeW	FeNb	FeV	AlV	YMo	FeSiRE	FeSiMgRE			FeMnNb	
>	≤	Ti	Mo	W	Nb	V	V	Mo	RE	Si	RE	Mg	Nb	Mn
40	64	0.81				0.74	0.74		0.65	0.68	0.56	0.56	0.45	0.61
25	40	0.82				0.75	0.75		0.67	0.70	0.57	0.57	0.50	0.63
16	25	0.83	0.90	0.90	0.88	0.75	0.75	0.90	0.74	0.78	0.62	0.62	0.55	0.69
10	16	0.83	0.91	0.91	0.89	0.76	0.76	0.91	0.76	0.80	0.63	0.63	0.56	0.71
5	10	0.84	0.92	0.92	0.90	0.77	0.77	0.92	0.78	0.83	0.65	0.65	0.58	0.73
3	5	0.86	0.93	0.93	0.91	0.78	0.78	0.93	0.84	0.90	0.70	0.70	0.64	0.79
1	3	0.88	0.95	0.95	0.93	0.80	0.80	0.95	0.85	0.93	0.71	0.71	0.67	0.80
0.5	1	0.90	0.98	0.98	0.95	0.82	0.82	0.98	0.87	0.96	0.73	0.73	0.68	0.83
	0.5	0.95	1.03	1.03	0.98	0.89	0.89	1.03	0.89	1.00	0.73	0.73	0.69	0.85

7.2 取样

7.2.1 份样量

份样的最小量与该批货物额定最大粒度的对应关系,应符合表 14 的规定。

表 14

额定最大粒度 mm		份 样 的 最 小 量,kg										
		FeTi	FeMo	FeW	FeNb	FeV	AlV	YMo	FeSiRE	FeSiMgRE	FeMnNb	
>	≤											
50		5.0	5.0	5.0	3.5	1.0	1.0	5.0	5.0	5.0	8.0	
25	50	3.5	3.5	3.5	2.5	0.5	0.5	3.5	3.5	3.5	4.0	
10	25	1.5	1.5	1.5	1.0	0.2	0.2	1.5	1.5	1.5	1.5	
	10	0.5	0.5	0.5	0.2	0.2	0.2	0.5	0.5	0.5	1.0	

7.2.2 份样数与取样精确度

7.2.2.1 最少份样数及取样精确度应符合表 15 的规定。

表 15

交货批量 t		最少 份样 数 个	取 样 精 确 度 B _s %										
			FeTi	FeMo	FeW	FeNb	YMo	FeSiRE		FeSiMgRE		FeMnNb	
>	≤		Ti	Mo	W	Nb	Mo	RE	Si	RE	Mg	Nb	Mn
40	64	28	0.23					0.38	0.42	0.31	0.31	0.31	0.35
25	40	24	0.25					0.41	0.46	0.34	0.31	0.34	0.39
16	25	20	0.27	0.29	0.29	0.25	0.29	0.51	0.57	0.41	0.41	0.41	0.47
10	16	17	0.29	0.32	0.32	0.27	0.32	0.54	0.60	0.43	0.43	0.43	0.50
5	10	14	0.32	0.35	0.35	0.29	0.35	0.57	0.61	0.46	0.46	0.46	0.53
3	5	11	0.36	0.39	0.39	0.33	0.39	0.65	0.73	0.53	0.53	0.53	0.61
1	3	9	0.40	0.43	0.43	0.37	0.43	0.66	0.76	0.54	0.54	0.56	0.63

续表 15

交货批量 t		最少 份样 数 个	取 样 精 确 度 B _s %										
			FeTi	FeMo	FeW	FeNb	YMo	FeSiRE		FeSiMgRE		FeMnNb	
>	≤		Ti	Mo	W	Nb	Mo	RE	Si	RE	Mg	Nb	Mn
0.5	1	7	0.45	0.49	0.49	0.42	0.49	0.69	0.80	0.56	0.56	0.58	0.66
	0.5	5	0.54	0.58	0.58	0.49	0.58	0.71	0.85	0.57	0.57	0.59	0.69

7.2.2.2 对钒铁和钒铝合金,最少份样数及取样精确度应符合表 16 的规定。

表 16

交货批量, t		最少份样数 个	取样精确度 $B_s, \%$
>	≤		V
40	64	23	0.19
25	40	20	0.20
16	25	17	0.22
10	16	14	0.24
5	10	11	0.27
3	5	9	0.30
1	3	7	0.34
0.5	1	5	0.40
	0.5	3	0.52

7.2.3 取样方法

由于钛铁、钨铁、钼铁、铌铁、钒铁、钒铝合金、稀土硅铁合金、稀土镁硅铁合金、氧化钼块、铌锰铁合金等一般采用炉批包装供货。其取样方法通常采用两步取样法。在取样过程中可采用随机取样或系统取样。

当表 15、表 16 规定的份样数少于供货批包装件数时,至少应选取与份样数相同的包装件,从每个包装件内各取一个份样。当表 15、表 16 规定的份样数大于供货包装件数时,可在每个包装内选取 2 个或 2 个以上的份样,份样量应大致相等且满足表 14 的要求。

7.2.3.1 当额定最大粒度大于 150 mm 时,可在选取的包装件内,用手工捡拾或砸取份样;当额定最大粒度不大于 150 mm 时,可在选取的包装件内,用符合表 1 的取样铲采取份样(也可采用手工捡拾份样);当额定最大粒度不大于 4 mm 时,可在所选取的包装件内,用符合 3.2 的取样钎采取份样。

7.2.3.2 当包装件内粒度分布差别较大时,所取份样与该件内粒度分布应成比例。

7.3 试样制备

7.3.1 试样制备的精确度

供货化学组成的置信度为 95% 时,试样制备的精确度见表 17。

表 17

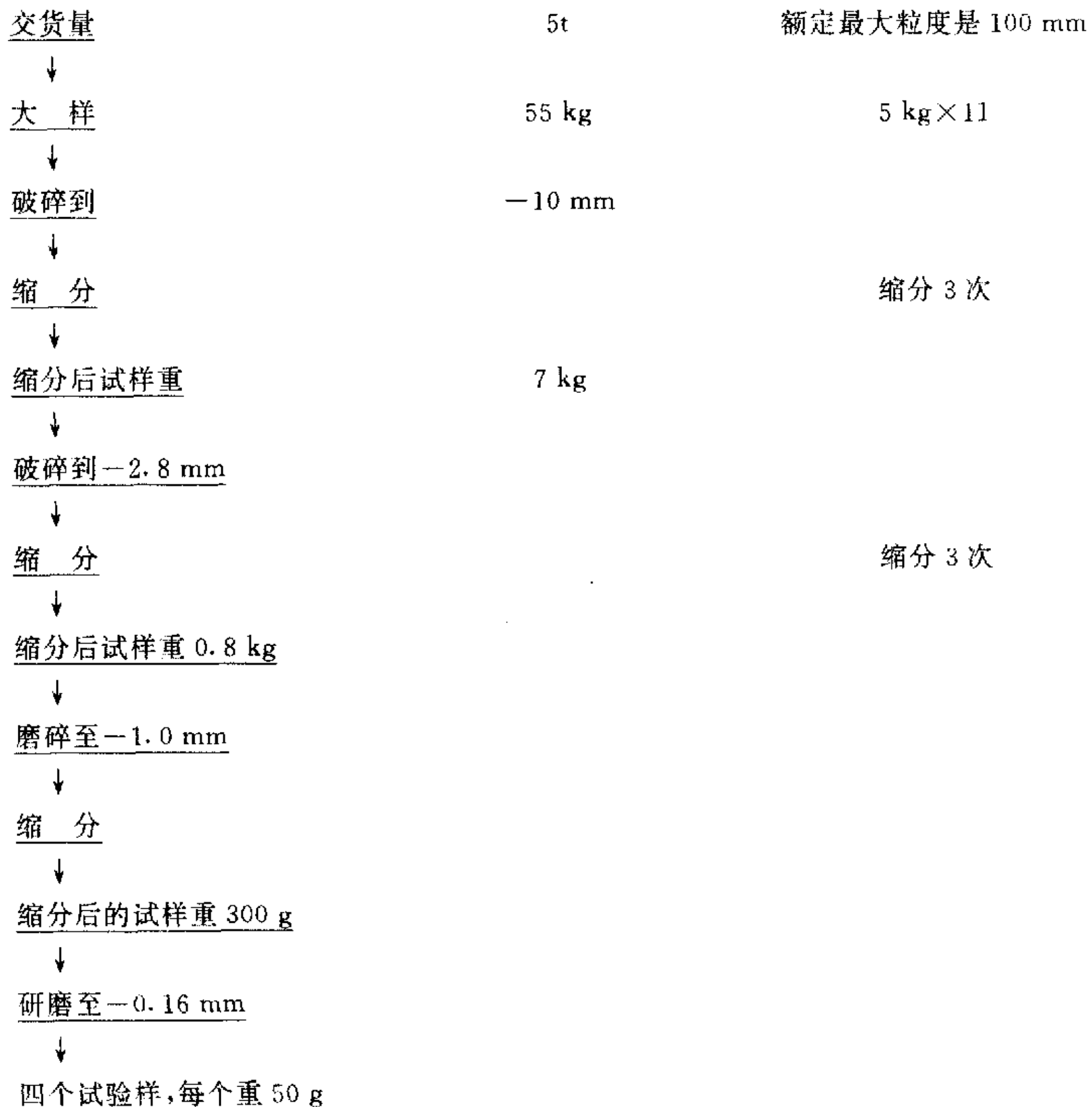
品 种	FeTi	FeMo	FeW	FeNb	FeV	AlV	YMo	FeSiRE		FeSiMgRE		FeMnNb	
特性元素	Ti	Mo	W	Nb	V	V	Mo	RE	Si	RE	Mg	Nb	Mn
制样精确度 $B_p\%$	0.5	0.6	0.6	0.6	0.4	0.4	0.6	0.4	0.4	0.3	0.3	0.3	0.3

7.3.2 试样破碎后要求全部过筛,根据试样的最大粒度,决定缩分后所留最小试样量见表 18。

表 18

试样最大粒度 mm	缩 分 后 试 样 最 小 重 量,kg									
	FeTi	FeNb	FeMo	FeW	FeV	AlV	YMo	FeSiRE	FeSiMgRE	FeMnNb
10	7.0							13.0		
5	1.2							2.0		
2.8	0.7							1.0		
1.0	0.3							0.4		
0.5	0.2							0.2		

附:FeTi 试验样制备(实例)图:



7.4 试验样

用于化学分析的试验样重量不应小于 50 g,除钒铁和钒铝合金以外的所有铁合金,其试验样的最大粒度不能超过 0.16 mm,钒铁和钒铝合金试验样的最大粒度不超过 0.25 mm。

注:分析试样的最大粒度遵循相应的分析方法要求研制。

8 当用户收到货物后,按此标准复验,其质量特性值与质量证明书差值大于综合精确度的 1.4 倍时,方可向供方提出异议

附加说明:

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由吉林铁合金厂、冶金工业部信息标准化研究院负责起草。

本标准主要起草人舒莉、刘绍安、史万利、傅永新。

本标准水平等级标记为 GB/T 4010—94 I