
钢铁材料质量 检验实用手册

那宝魁 主编

中国标准出版社



钢铁材料质量检验 实用手册

那宝魁 主编

中国标准出版社

图书在版编目(CIP)数据

钢铁材料质量检验实用手册/那宝魁主编.-北京:中国标准出版社,1998.11

ISBN 7-5066-1734-X

I. 钢… II. 那… III. 钢-质量标准-中国-手册 IV. TG142-65

中国版本图书馆 CIP 数据核字(98)第 23043 号

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号

邮政编码:100045

电话:68522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 29³/₄ 字数 942 千字
1999 年 7 月第一版 1999 年 7 月第一次印刷

*

印数 1—3 000 定价 99.00 元

*

标 目 354--04

编辑委员会

主编 那宝魁

编委	张振武	刘 玉	柯瑞华
	李久林	梁新邦	孙维细
	贾慧明	于凤莲	

序 言

质量是企业永恒的主题,特别是在市场经济体制下,质量(包括成本)是企业生存发展的根本,是企业是否有竞争能力的表现。产品的质量首先是生产出来的,但在任何一个产品的生产过程中,检验和试验是质量体系不可缺少的质量要素和质量活动,它不仅是质量验证的手段,也是质量保证的手段。从这个意义上来说,检验和试验从来就不是消极的东西,而是质量形成过程中积极的、有效的环节。它从原料进厂到产品交付的全过程都起着重要的作用。

检验和试验的重要作用要求它本身的科学性、客观性和权威性,为了保证科学性、客观性和权威性,检验和试验方法的标准化、规范化和国际化是至关重要的。我国钢铁工业的发展,不仅需要先进的产品标准,同样也需要有高水平的检验和试验标准,在等同或等效采用国际水平的产品标准的同时,也同时引进并采用了一系列的具有国际水平的检验和试验标准,有些方法和标准是我国自己研究开发的。

检验和试验方法的标准化、规范化和国际化是检验和试验在质量体系运行中发挥保证作用和验证功能的条件之一,还有一个重要的条件就是如何实施检验和试验方法。在采用这些检验和试验方法时,理论和实践具有同等的重要。特别是标准化的检验和试验方法是检验和试验的经验总结,它包含着丰富的理论和优化的方法,只有充分地掌握它,才能正确地运用它,才能发挥出保证和验证的作用,不仅不让不合格品出厂,而且还能防止产生不合格品。

关于检验和试验技术的著作很多,各具特色。但是,我感到缺乏一本对检验和试验标准化方法从理论和实践相结合上对企业的质量保证和质量验证人员更为实用的书,特别是钢铁产品的检验和试验技术,不论是理论研究和方法开发上都有很大成绩,其中有相当一部分已经纳入标准,而且还引进和吸收了一部分国际标准和国外标准,形成了既具有国际水平又结合我国国情的化学分析、力学性能和工艺性能试验、组织检验和无损检测的标准体系,基本上满足了生产和使用的要求,但是却缺乏系统的、全面的、有理论分析和有经验表述的总结。为了适应生产第一线从事质量保证和

质量验证的检验和试验工作人员的需要,组织编写了这本手册。

我们把这本书定名为《钢铁产品质量检验实用手册》的用意,就是要使此书具有以下几个特点。

1. 以标准方法为主。对钢铁产品(包括原材料、半成品和成品)的化学分析、力学性能、工艺性能、组织检验和无损检测的标准方法进行理论阐述和方法介绍,以使读者对标准方法有一个比较深入的理解,提高广大检验和试验人员的水平。

2. 以实践经验为主。本书的作者都是多年从事有关方面检验和试验技术工作的专家,具有丰富的经验。书中有很多内容是他们多年工作经验的提炼与总结,对广大检验和试验人员具有实用价值。

3. 以实际需要为主。钢铁产品质量检验技术和标准方法还有很多,但本书是以在钢铁产品生产和使用过程中从事检验和试验的工作人员为对象,尽可能深入浅出,既有利于深入学习,又有利于提高技术。

4. 以手册形式为主。本书不是教科书,所以没有从基础说起,本书又不是专著,所以没有引经据典。本书是手册,读者可以根据自己的工作需要,随时查阅参考。需要什么查什么需要什么看什么,比较方便。

参加本书编写的同志都是“大忙人”。他们每天都在从事着紧张的检验和试验工作,其中几位是国家钢铁产品质量检测中心的专家,几位是国家钢铁材料分析测试中心的专家,承担着国家标准修、制订和质量检验试验工作,边工作边编写,甚至绝大部分是业余时间完成的。为了尽可能早一点、快一点与读者见面,整个编写时间只用了半年多一点时间,这一方面说明这些专家精于业务,有大量的技术积累,另一方面也说明时间太短,肯定会有不少不足之处,但作为一部检验和试验标准方法的实用手册,它还是有多年实践经验的总结,并非几日之功,而是长期之果,希望这本书能对钢铁企业的检验和试验人员的学习与工作有帮助。

参加本书编写的人员有柯瑞华、于凤莲(第一篇化学分析)、李久林、梁新邦(第二篇金属力学性能及工艺性能试验)、孙维细(第三篇组织检验)、贾惠明(第四篇无损检测)。张振武和刘玉同志参加了全书编写的设计和组织工作。中国标准出版社有关同志对本书出版给予了关心与支持。

那宝魁

1998年5月

目 录

第一篇 化学分析

第一章 化学分析用试样的制取	3
第二章 化学分析仪器和器皿	10
第三章 碳的测定	29
第四章 硫的测定	38
第五章 硅的测定	49
第六章 锰的测定	54
第七章 磷的测定	61
第八章 镍的测定	71
第九章 铬的测定	78
第十章 铜的测定	84
第十一章 钨的测定	90
第十二章 钼的测定	97
第十三章 铝的测定	104
第十四章 钛的测定	110
第十五章 钒的测定	114
第十六章 钴的测定	120
第十七章 铌的测定	126
第十八章 硼的测定	131
第十九章 锡的测定	135
第二十章 铅的测定	139
第二十一章 砷的测定	143
第二十二章 氮的测定	148
第二十三章 化学分析的误差和数据处理	154
附录 1-1 ISO 钢铁化学分析标准方法	164
附录 1-2 国家标准钢铁及合金化学分析方法	169

第二篇 金属力学性能及 工艺性能试验

第一章 金属拉伸试验	183
第二章 硬度试验	235

第三章	金属夏比缺口冲击试验	310
第四章	金属蠕变及持久试验	329
第五章	金属工艺性能试验方法	347

第三篇 组织检验

第一章	宏观检验	363
第二章	显微检验	371
第三章	淬透性检验	407

第四篇 无损检测

第一章	概述	415
第二章	超声检测	417
第三章	涡流检测	436
第四章	漏磁检测	446
第五章	射线检测	452
第六章	渗透检测	459
第七章	电磁超声检测	461
附录 4-1	冶金部无损检测人员技术资格鉴定规定	463
附录 4-2	GB/T 9445—1988《无损检测人员技术资格鉴定通则》 目录要点	465
附录 4-3	ISO 9712:1992《无损检测人员资格鉴定》目录及要点 (原文摘译)	466

第一篇 化学分析

第一章 化学分析用试样的制取

§1 制取试样的意义和作用

钢铁产品的质量检验,必须对受检产品进行化学成分分析。分析工作者的任务是确定大批物料中受检物化学成分的平均含量。在实际的化学分析中仅能取几克、零点几克试样进行分析。物料本身往往是不均匀的,要用这样少的试样的分析结果来代表全部物料的平均组成(可能是一列车或一轮船的物料),就要求所取的试样有足够的代表性。试样能否代表原始物料与分析方法是否准确一样重要。所以一个分析结果是否有意义,直接取决于试样有无代表性。要使试样有代表性,除了取样必须合理外,试样制备也是很重要的环节。取样、制样工作是分析实验室里最基础的工作内容之一,是保证分析质量的第一关。要想控制和提高分析质量,一方面应重视加强分析方法的研究,还应该重视取、制样方法的理论研究和应用

研究。总之,如果取、制样方法不正确,不论分析工作进行的如何完善,所得结果将失去它应有的意义。

取样是从被研究的总体中以一定方式抽取有限个试样的过程。如何从不均匀的物料中制得能代表总体平均组成的均匀试样,这就是取、制样的全部理论及技术问题研究的出发点。严格地说世界上没有一个取、制得的试样能够完整而真实地代表所要研究的总体。因此,要求试样有“代表性”,必须切合实际,为此,各种有关物料的取、制样都制定有相应的标准。我国针对化学分析用试样,制定了:生铁化学分析用试样制取方法(GB/T 719—84)、铁合金化学分析用试样的采取和制备(GB/T 4010—94)和钢的化学分析用试样取制法及成品化学成分允许偏差(GB/T 222—84)等标准。

§2 有关制取样的术语

2.1 熔炼分析

熔炼分析是指在钢液浇注过程中采取样锭,然后进一步制成试样并对其进行化学分析。分析结果表示同一炉或同一罐钢液的平均化学成分。

2.2 成品分析

成品分析是指在加工的成品钢材(包括钢坯)上采取试样,然后对其进行化学分析。成品分析主要用于检验化学成分,又称为验证分析。由于钢液在结晶过程中产生元素的不均匀分布(偏析),成品分析的值有时与熔炼分析值不同。

2.3 取样

为了对物料进行化学分析,按照标准规定的方法从一批物料中取出一定数量具有代表性的试样的作业称为取样。

2.4 试样

从被检验的物料中选取的具有充分代表性并供给检验的样品称为试样。试样分为原始试样、中间试样和送验试样。

直接从物料中选取的试样,称为原始试样。

在原始试样的各段加工、缩分过程中所取得的试样,称为中间试样。

中间试样再继续加工、缩分、处理后,获得具有充分代表性、供分析检验用的试样,称为送检试样。

2.5 份样

由一批物料中的一个点或一个部位,按照规定办法取出的试样,叫做份样。也称为小样。

2.6 批样

由一批物料中取出的全部份样所组成的试样,称为批样。

2.7 炉前试样

炉前试样是指从炉前铁水沟或炼钢炉中采取的铁水或钢液浇注成的试样。炉前试样的分析结果是指导炼钢生产的重要依据。

2.8 铸铁机试样

铁水在铸铁机铸铁时,于铸铁机流铁槽或铁模中采取铁水浇注的试样,称为铸铁机试样。铸铁机试样的分析结果是判定生铁成品质量的依据。

2.9 验证试样

验证试样是指从物料堆或车箱中,按规定方法采取的试样。验证试样的分析结果,是仲裁分析或用户验收物料的质量依据。

2.10 成分试样

成分试样是指为了测定份样或批样的化学成分,按规定的制样方法制得的供化学成分分析用的试样。

§3 试样的制取方法

3.1 钢的取制试样的一般规定

3.1.1 取制试样必须严格遵守技术操作规程和安全操作规程。一切操作均需按照标准化作业要求进行,确保不发生事故。

3.1.2 用于钢的化学成分熔炼分析和成品分析的试样,必须在钢液或钢材具有代表性的部位采取。试样应均匀一致,能充分代表每一熔炼号(或每一罐)或每一批钢材的化学成分,并且具有足够的数量,以满足全部分析的要求。

3.1.3 化学分析试样的样屑可以钻取、刨取或用某种工具制取。样屑应粉碎并混合均匀。制取样屑时不能用水、油或其他润滑剂,并应除去表面氧化铁皮和脏物。成品钢材还应除去脱碳层、渗碳层、涂层、镀层金属或其他外层物质。

3.1.4 当用钻头钻取试样样屑时,对熔炼分析或小断面钢材或成品分析,钻头直径应尽可能的大,至少不应小于6 mm,对大断面钢材的成品分析,钻头直径不应小于12 mm。

3.1.5 供仪器分析用的试样样块,使用前应根据分析仪器要求,适当地予以磨平或抛光。

3.1.6 制样前,按照委托单,将样品名称、记号、分析项目及样品实物等对照清楚。制样过程中,试样袋、委托单一一对照好,防止装错、贴错或颠倒。

3.1.7 试样加工完后应妥善保存,贴好标签,按照规定的保管期限,逐月逐日依次存放,定期清理,不得丢失。

3.1.8 取制复验试样,不得在原位置上取样,应在靠近原位置的相邻位置上重新取样。

3.1.9 对于制取的含碳量小于或等于0.01%的试样,必须放入带盖的玻璃瓶中保存,防止污染。

3.1.10 取制样设备在使用前后都必须清理干净,制样时所用的工具必须无油、无锈。

3.2 熔炼成品分析试样的取制

3.2.1 测定钢的熔炼化学成分时,从每罐钢液中采取2个制取试样的样锭。第二个样锭供复验用。样锭是在钢液浇注的中期采取。

3.2.2 当整个熔炼号的钢液用下注法浇注,且仅浇注一盘钢锭时,镇静钢样锭应在浇注钢液达到保温帽部位并高出钢锭本身的50~100 mm时采取;沸腾钢样锭则应在浇注到距规定高度尚差100~150 mm时采取。

3.2.3 样锭浇注在样模内。模内应洁净、干燥。样模尺寸:下部内径为30~50 mm、上部内径为40~60 mm,高度70~120 mm。

3.2.4 往锭模内浇注钢液时,钢流应均匀,不应使钢液流出或溢溅。样模不得注满,应使样模内钢液镇静地冷凝。沸腾钢可加入适量高纯金属铝使其平镇。样锭不得有气孔和裂缝。

3.2.5 在样模上应标明熔炼号和样锭号。

3.2.6 必要时,样锭应进行缓慢冷却,或在制取样屑前对钢锭进行热处理,以保证容易加工制样。

3.3 成品分析试样的取制

3.3.1 大断面钢材

1) 大断面的初轧坯、方坯、扁坯、圆坯、方钢、锻钢件等,样屑应从钢材的整个横断面或半个横断面处用刨床制取;或

从钢材横断面中心至边缘的中间部位(或对角线的1/4处),平行于轴线用钻床钻取。或从钢材侧面垂直于轴中心线处,用钻床钻取。此时,钻孔深度应达到钢材或钢坯的轴心处。

2) 大断面中空锻件或管件,应从壁厚内外表面的中间部位,用钻床钻取,或在端正整个横断面上用刨床刨取。

3.3.2 小断面钢材

小断面钢材,包括:圆钢、方钢、扁钢、工字钢、槽钢、角钢、复杂断面型钢、钢管、盘条、钢带、钢丝等。

1) 从钢材整个横断面上用刨床刨取(焊接钢管应避免开裂缝);或从横断面上沿轧制方向用钻床钻取。钻孔应对称、均匀分布;或从钢材外侧面的中间部位垂直于轧制方向用钻通的方法钻取。

2) 钢带、钢丝,应从折迭合成或捆扎成束的样块横断面上用刨床刨取;或从不同根钢带、钢丝上截取。

3) 钢管可以围绕其外表面在几个位置钻通管壁,用钻床钻取。薄壁钢管可压扁迭合后在横断面上用钻床钻取。

3.3.3 钢板

1) 纵轧钢板:钢板宽度小于1 m时,沿钢板宽度剪切一条宽50 mm的试料;钢板宽度大于1 m时,沿钢板宽度自边缘至中心处剪切一条宽50 mm的试料。将试料对齐,折叠1~2次或多次,并压紧弯折处,然后在其长度的中间沿剪切的内边用刨床刨取;或自表面用钻床钻通。

2) 横轧钢板:自钢板端部与中央之间,沿板边剪一条宽50 mm、长50 mm的试料,将两端对齐,折叠1~2次或多次,压紧弯折处,然后在其长度的中间,沿剪切的内边用刨床刨取;或自表面用钻床钻通。

3) 钢板不能折迭时,在上面所述的相应折叠的位置,用钻床钻取或用刨床刨取。然后将等量的样屑混合均匀。

3.4 钢中气体分析试样的取制

3.4.1 试样的采取

钢中气体分析的试样通常是在炉边用石英管法采取。用于取定氢试样的石英管规格为 $\phi 6\sim 8$ mm,用于取定氧试样的石英管规格为 $\phi 8$ mm;将石英管的一端插入吸气球中,其接口处用胶皮封死以免漏气烫手;取样之前将石英管架在铸模边烘烤,除去管中的水气;捏紧吸气球,拨开钢液表面的杂物,将石英管插入钢液中,慢慢放松吸气球,使钢液平稳地吸入球内,得到均匀、致密的样液;对于定氢试样应立即投入到事先准备好的冷水中。定氧试样则需要空冷。冷却后清除样棒表面的石英碎片后,放入干冰中保存。

气体试样的采取、保存和加工办法,对结果的影响很大,尤其是定氢试样更要注意。

除了上述的气体取样法外,还有模样锻打法、玻璃真空吸管法、负压取样枪法及炉内取样法等,均可以采用。

3.4.2 试样的制备

如果试样是采用石英管法采取的,加工时发现下列情况时则不能制样:

- (1) 所采取的试样有贯穿性缩孔;
- (2) 加工过程中发现有缺陷;
- (3) 试样表面严重硬化无法加工。

制备试样可以采用车削法或截断法。

车削加工的温度不能过高,不超过 50℃,以防止气体受热损失及表面氧化。采用截断法时,表面应磨光,为防止试样发热,应用水或干冰间断冷却,磨好后立即装入已写好记号的

样袋里,放入干冰瓶中。成品定氢试样可不放入干冰瓶中保存。对于含氧量低的试样,应采取金相抛光或光学抛光的办法,以减少表面氧对结果的影响。定氢试样也可以不去掉氧化皮。

§4 生铁化学分析用试样的制取方法

4.1 从铁水中采取试样

4.1.1 炉前试样

1) 当生铁以铁水状态热装运至用户时,以一炉或一个铁水罐的铁水为一批试样。以一罐铁水为一批时,每罐取 3 份试样,第一个份样,在铁水流入 1/3 罐时取;第二个份样在流入 1/2 罐时取;第三个份样在铁水流入 3/4 罐时取。铁水不满一罐的取 2 个份样,当铁水流入 1/2 时取 1 个;至流入 3/4 时再取 1 个。

以一炉次铁水为一批时,每罐取 2 个份样。铁水流入 1/3 时取一次;2/3 时再取一次。

以一炉次铁水为一批,对于 5 罐或 5 罐以上的铁水,每罐取一个份样。铁水流入 1/2 罐时取样;最后一罐铁水少于 1/2 罐时不取样;等于或多于 1/2 罐时取 1 个份样。

2) 当铁水在炉前直接铸块时,以一炉次生铁为一批,每批铁水在流铁沟或铸铁模中,以出铁的初期、中期和末期各取 1 个份样。

4.1.2 铸铁机试样

1) 以一炉次或以一罐铁水为一批,在铸铁机流铁槽或铁模中,每罐取 2 个份样。铁水从罐中流出总量的 1/3 时取一个份样;流出至 2/3 时取第二个份样。

2) 份样用取样勺取出,浇注在长约 100 mm、宽约 50 mm 和厚约 30 mm 的长方形试样模中。或根据加工设备和仪器分析的需要,浇注在适当尺寸的圆柱形试样模中。试样模用铸铁或型砂制成。浇注试样不宜太满,否则会溢出。浇注时应尽量避免夹杂其他异物及形成气孔。

3) 待试样缓慢冷却后,注明炉次或罐号等标记。

4.2 验证试样的取样方法

4.2.1 验证试样的代表批量以质量证明书的生铁质量为一批。

4.2.2 当从火车车箱里取样时,每车箱取 5 个份样,分别从车箱的中心和两个对角线距离车角 1/4 处的部位的表层或表层下的任一层取一块完整的型铁为一个份样(大块铁取 1/2 或 1/3)。

4.2.3 从生铁堆取样时,按批量的大小于铁堆上均匀分布若干个取样部位。每个部位取一块完整的型铁为 1 个份样(大块取 1/2 或 1/3)。具体的取样份数为:批量小于 30 t 取 3 块;30~100 t 时,每增加 10 t 取 1 块;尾数 4 舍 5 入;大于 100 t 到 1000 t,每 50 t 取 1 块,尾数 24 舍 25 入;1000 t 以上,每增加 100 t 取 1 块,尾数 49 舍 50 入。

4.2.4 将所取得的试样块,在不影响制样的部位用油漆注明标号,或把试样放入事先已写明牌号、批号、代表批量和到货日期等标记的贮运容器中。

4.3 化学成分试样的制备方法

4.3.1 能用普通钻头钻取的试样

首先,要用钢丝刷或用其他的不影响测定成分的方法,把试样表面清理干净,在试样底面的中心或接近中心的部分垂直取样。钻头直径不小于 10 mm,去掉试样表面约 5 mm,钻至孔底距离另一面约 5 mm 为止。在钻孔位置或钻孔内部如发现气孔、夹杂物时,应在原孔邻近的位置,平行于原孔重新钻取。

钻孔时进钻速度和钻头的转速不要太快,转速一般控制在 200 r/min 以下,防止钻屑太厚或氧化。要保持钻头锋利,不使试样成粉而使之飞散损失。

将试样混合均匀后,盛于清洁的容器中。同一批的份样屑,各称相等质量,总量约 45 g。混匀后缩分出 10~15 g,用于碳的测定。余下的 30~35 g,在淬火的钢钵或其他的制样设备中捣碎。防止试样过细,要边捣边过筛。过筛时应盖好筛盖,以免试样细粉损失。试样要全部通过规定的筛孔。延展性较好的铸铁,由于屑屑被捣成薄片而不能全部通过规定的筛孔时,待片样捣击成小于规定的筛孔径或不影响分析溶样时,筛上试样可以按已通过规定的筛孔处理,直接与筛下的试样混匀。

试样粒度根据分析方法和分析成分确定:

标准、仲裁分析常规成分的试样全部通过 60 目(0.28 mm)筛;快速法分析常规成分的试样全部通过 80~100 目(0.18~0.154 mm)筛;燃烧法分析碳的试样通过约 20 目(0.90 mm),不过筛。

4.3.2 不能用普通钻头钻取的试样

硬质生铁当用钻头钻不动时,可以用嵌有碳化钨刀片的硬质合金钻头钻取,或用碳化硅砂轮片从试样纵向的中部切取薄片。薄片去掉表层后捣碎到 20 目(0.90 mm),同一批份样碎片,各称取相等的量,总量约 40 g。制取的试样于钢钵中捣碎全部通过 100 目(0.154 mm)筛。

也可以将硬质合金进行热处理,使之退火(温度约为 850℃)软化。然后再用钻头钻取试样。

注:仲裁分析测定硅、锰、磷时,试样粒度要求过 60 目(0.28 mm)筛;禁止用磁铁吸引灰口生铁试样,以防止其中的石墨碳损失;成分试样量应满足分析用量和保留试样用量的要求。钻一个孔的试样量不够时,可以在块样上多钻几个孔。或者用 16 mm 以上的粗钻头取样;涉及外贸等重要用途的试样,应增加制样的数量,一般应多于 100 g,混匀后,缩分成二份:一份供分析用,一份密封保留,以供外贸随时调用。

4.4 验证分析试样的制备方法

将试样表面仔细清理干净后,垂直于底面钻孔。钻头直径应大于 10 mm。钻孔个数按铁块大小确定。小块的从中心处钻一个孔,大块的钻三个孔,中心处一个孔,中心到两端

的 1/2 处各钻一个孔。试样屑的加工、混匀、缩分等技术要

求及注意事项均按 4.3 进行。

§ 5 铁合金化学分析试样的制取方法

5.1 铁合金化学分析用试样的采取方法

铁合金化学分析用试样的采取法分为生产检查取样和验证取样两种方法。生产检查取样适用于生产厂家的成品分析；验证取样适用于需方对成品的复验和仲裁分析。

5.1.1 高碳铬铁

1) 生产检查取样

取液体样：

在铁水浇注 1/2 时，用洁净的铁勺接取液体样，每炉取样量不少于 0.2 kg。

取固体样：

当液体样无代表性或无条件采取时，应在中间锭的对角线的 3 或 4 等分线段的中点取柱状金属块作为小样。每个小样重量应大约相等。取样总量应不少于该炉总重量的 0.02%。

2) 验证取样

大堆验证试样的批量不足 10 t 时，从不同部位随机采取不少于 10 个小样。批量在 10~30 t 时，应从不同部位随机采取不少于 20 个小样。批量为 30 t 以上时，应从不同部位随机采取不少于 30 个小样。每个小样的质量应大致相等，其块度不小于 20 mm×20 mm。取样总量不少于批量的 0.03%。所取小样应全部破碎至 10 mm 以下，用四分法缩分至 1~2 kg，混匀后分成两等份，一份制样作化学分析用，一份作为保留试样。

包装验证取样：

每批选取不少于 10% 的包装件，每件中随机采取质量大约相等的一块小样，其块度不小于 20 mm×20 mm。小样数不少于 8 个，最多不超过 30 个。所取小样应全部破碎至 10 mm 以下，用四分法缩分至 1~2 kg，混匀后分成两等份，一份制样作化学分析用，一份作为保留试样。

5.1.2 中碳、低碳、微碳铬铁

1) 生产检查取样

在每炉的任意一块铬铁锭上取固体样。样块大小以能钻样为准。在断面选钻取点，钻取点的边缘应离铬铁锭表面 5 mm 以上。钻取样量应不少于 50 g。

2) 验证取样

大堆验证取样：

批量不足 10 t 时，应从不同部位采取 10 个铬铁块；批量为 10~30 t 时，应从不同部位随机采取 20 个铬铁块；批量为 30 t 以上时，应从不同部位随机选取 30 个铬铁块。铬铁块的大小以能钻样为准。在断面选取样点，钻取点边缘应离铬铁锭表面 5 mm 以上。每块的钻取量应大约相等。批量不足 10 t 时，钻取样总量不少于 150 g；批量为 10 t 以上时，钻取样总量应不少于 300 g。钻取的全部小样混匀后分成两等份，一份制样作化学分析用，一份作为保留试样。

包装验证取样：

批量不足 10 t 时，应随机选取 10 件包装件；批量为 10 t 以上时，应随机选取 10% 的包装件（最多 30 件）。在每件中随机采取一个铬铁块，其大小以能钻样为准。在断面选取样点，

钻取点边缘应离铬铁锭表面 5 mm 以上。每块的钻取量应大约相等。批量不足 10 t 时，钻取样总量应不少于 150 g；批量为 10 t 以上时，钻取样总量应不少于 300 g，钻取的全部小样混匀后分成两等份，一份制样作化学分析用，一份作为保留试样。

5.1.3 真空铬铁

1) 生产检查取样

每炉分车（批）取固体样。每车（批）按对角线的 3 或 4 等分线段的中点取铬铁块。在每个铬铁块上钻取重量大约相等的小样。每炉钻取总量不少于 100 g。

2) 验证取样

与中碳、低碳、微碳铬铁相同。

5.1.4 金属铬

1) 生产检查取样

沿金属锭半径分成三点，在锭中心、锭边及半径中点各取 1 点。在各点沿金属锭的纵断面从上、中、下各部各取 1 个金属块，其块的大小以能钻样为准。钻取点边缘应离金属表面 5 mm 以上。每块的钻取量应大约相等。每炉的钻取样总量应不少于 150 g。

2) 验证取样

每批应随机选取不少于 25% 的包装件。在每件中随机采取 3 个金属块，其大小以能钻样为准。钻取点的边缘应离金属表面 5 mm 以上。每块的钻取量应大约相等。每批的钻取样总量应不少于 300 g。钻取的小样混匀后分成两等份，一份制样作化学分析用，一份作保留试样。

5.1.5 锰铁、硅锰

1) 生产检查试样

取液体样：

在铁水浇注 1/2 时，用洁净的铁勺取液体样，或从中间的一个锭模中部自下向上采取液体样。每炉的取样量不少于 0.2 kg。

取固体样：

在中间合金锭上沿对角线三等分线段的中间取柱状金属块。然后在这些金属块的上、中、下部位各取 1 个小样，每个小样的质量应大约相等，取样总量应不少于该炉总质量的 0.03%。

2) 验证取样

大堆验证取样：

批量不足 10 t 时，应从不同部位随机采取不少于 15 个小样；批量 10~30 t 时，应从不同部位随机采取 25 个小样；批量 30 t 以上时，应从各不同部位随机采取 30 个小样。每个小样的质量应大致相等。其块度不小于 20 mm×20 mm。取样总量应不少于批量的 0.03%。所取的小样全部破碎至 10 mm 以下，用四分法缩分至 1~2 kg，混匀后分成两等份，一份制样作化学分析用，一份作为保留试样。

包装验证试样：

每批应选取不少于 10% 的包装件。每件中随机采取质量

大致相等的一块小样,其块度不小于 20 mm×20 mm。小样总数不少于 12 个,最多 30 个。所取小样全部破碎成 10 mm 以下,用四分法缩分至 1~2 kg,混匀后分成两等份,一份制样作化学分析用,一份作为保留试样。

5.1.6 高炉锰铁

1) 生产检查取样

取液体样:

用铸床浇注时,当铁水流动稳定后,在铁沟内按出铁的初、中、末期采取 3 个质量大约相等的液体样。每炉取样总量不少于 0.2 kg。

用铸铁机浇注,在铁水罐浇注入模时,在铁水沟内取液体样。每罐按如下顺序取 3 个样:铁水流出量为罐容积的 1/4 时取第一个样;流出量为罐容积的 1/2 时取第二个样;流出量为罐容积的 3/4 时取第三个样。每次取样量大致相等。每炉的取样总量不少于 0.2 kg。当铁水不足 1/2 罐时,只取 1 个试样;1/2~3/4 罐时取 2 个试样。

取固体样

每炉随机采取不少于 10 个小样。每个小样的质量应大致相等。取样总量应不少于该炉总量的 0.01%。

2) 验证取样

同锰铁、硅锰合金。

5.1.7 金属锰

1) 生产检查取样

取液体样:

用洁净的铁勺分别插入每个锭模的中部,自下向上取液体样。根据各锭模中金属锰质量的比例组成该炉的代表样。每炉取样总量应不少于 0.2 kg。

取固体样:

沿每个金属锭对角线三等分线段的中点取柱状金属块。在这些金属块的上、中、下部位各取 1 个小样,每个小样质量应大致相等。取样总量应不少于该炉总量的 0.1%。

2) 验证取样

同锰铁、硅锰合金。

5.1.8 电解金属锰

1) 生产检查取样

先在散堆的产品中均匀地铲出底宽为 250 mm 的四条沟,用不锈钢勺在沟的侧面自下而上地采取小样。在各条沟的每侧各取 2 个小样,取样总量不少于该批总量的 0.2% (不得少于 1 kg)。所取的小样全部破碎至 10 mm 以下,用四分法缩分至 0.5 kg。

2) 验证取样

每批随机采取 5%~10% 的包装件 (不得少于 3 件)。在每个包装件中,于料面下 100~200 mm 深处,用不锈钢勺分别采取质量大致相等的小样。每件中取样量应不少于 50 g,取样总量不少于 1 kg。所取小样全部破碎至 10 mm 以下,混匀后分成两等份,一份制样作化学分析用,一份作为留用试样。

5.1.9 硅铁

1) 生产检查取样

取液体样:

在铁水浇注的初、中、末期 (当有代表性时,可在中期),用洁净的炭质样勺各接取一个质量大致相等的液体样。每炉取样总量应不少于 0.6 kg。

取固体样:

在浇注初、中、末期的硅铁锭中,沿每个锭对角线四等分的中点取柱状的金属块作为小样。每个小样的质量应大致相等。取样总量不少于该炉总量的 0.05% (1 kg)。

2) 验证试样

同锰铁、硅锰合金。

5.1.10 硅铬合金

1) 生产检查取样

取液体样:

在铁水浇注 1/2 时,用炭质样勺取液体样。或用洁净的铁质样勺从中间的一个锭模中部自下而上采取液体样。取样量应不少于 0.2 kg。测定碳含量时应用铁质样勺逐模取液体样。分别制样分析。

取固体样:

同锰铁、硅锰合金。但测定碳含量应逐模取样,分别制样分析。

2) 验证取样

同锰铁、硅锰合金。

5.1.11 硅钙合金

1) 生产检查取样

在各个合金锭的对角线的 3 或 4 等分线段的中点取柱状金属块。每块取样质量应大致相等,取样总量不少于该炉总量的 0.02%。

2) 验证取样

每批随机选取 25% 的包装件。在各件中随机采取质量大致相等的 3 块小样 (每块均应包括合金上、下面的柱体)。取样总量不少于该批量的 0.02%。所取的小样全部破碎至 10 mm 以下,用四分法缩分至 200 g,混匀后分两等份,一份制样作化学分析用,一份作为保留试样。

5.1.12 稀土硅铁合金、稀土硅铁镁合金

1) 生产检查取样

分别在各个合金锭的对角线的四等分的等分点上取柱状金属块。即取 5 个小样。每个小样的质量大致相等。取样总量应不少于该炉总量的 0.1% (不得少于 1 kg)。

2) 验证取样

根据每批桶数而定。每批为二桶时,取样桶数为 100%;每批为 3~20 桶时,取样桶数为 50%;每批为 21~50 桶时,取样桶数为 30%;每批大于 50 桶时,取样桶数为 20%。

在每个取样桶中,随机采取 3 个小样,每个小样质量大致相等。取样总量应不少于该批总量的 0.2%。至少不得少于 1 kg。所取的小样全部破碎至 5 mm 以下,用四分法缩分至 100 g,混匀后分成两等份,一份制样作化学分析用,一份作为保留试样。

5.1.13 氧化钨块

1) 生产检查取样

每批量 (1 t) 应随机选取不少于 5 块氧化钨。在每块上采取质量大致相等的小样。取样总量应不少于 1 kg。所取小样全部破碎至 5 mm 以下,用四分法缩分至 0.2 kg。

2) 验证取样

同生产检查取样。用四分法缩分至 0.4 kg,混匀后分成两等份,一份制样作化学分析用,一份作为保留试样。

5.1.14 钨铁

1) 生产检查取样

钨铁锭经打碎后,在钨铁堆的各个部位随机采取该炉总重的1%小样。每块小样取该勺铁锭的1/4角。所取小样全部破碎至30 mm以下,用四分法缩分至5 kg。

2) 验证取样

每批应选取不少于25%的包装件。取相当于每件质量的5%的小样,每个小样相当于每勺铁的1/4角或均匀采取。所取小样应全部破碎至10 mm以下,用四分法缩分至2 kg,混匀后分成两等份,一份制样作分析用,一份作为保留试样。

注:破碎钨铁机件的耐磨性要比钨铁大,以免因机件磨损而沾污钨铁。

5.1.15 钼铁

1) 生产检查取样

沿钼铁锭半径分成三等份,在等分线上取三点金属柱。然后在这些金属柱上,自中心柱向边上柱的顺序分别均匀取4、3、2个点(共9点),每个点取小样200 g。

2) 验证取样

每批应随机选取不少于25%的包装件,在每件中随机采取不小于20 mm×20 mm的三个小样,每个小样质量大致相等。取样总量应不少于批量的1%。所取小样应全部破碎至10 mm以下,用四分法缩分至1 kg。混匀后分成两等份,一份制样作分析用,一份作为保留试样。

5.1.16 钒铁

1) 生产检查取样

取液体样:

当铁水浇注1/2时,用洁净的铁勺接取液体样,取样量不少于0.3 kg。

取固体样:

在钒铁锭上均匀选取不少于4个小样,每个小样为30~50 g,所取小样全部制样作为化学分析用。

2) 验证取样

每批随机选取不少于20%的包装件。每件中随机取3个小样,每个小样质量大致相等。取样总量不少于批量的0.3%。所取小样全部破碎至10 mm以下。用四分法缩分至400 g,混匀后分成两等份,一份制样作化学分析用,一份作为保留试样。

5.1.17 钛铁

1) 生产检查取样

在钛铁锭沿半径方向的纵断面上,将该断面沿垂直轴线方向分四等份,再将其各部分沿水平方向分三等份,在其分成的12个长方形的中心点上,按照规定的质量取小样。从锭边缘向中心的四个纵行分别取样:200 g×3个点、225 g×3个点、175 g×3个点、75 g×3个点。所取小样全部破碎至10 mm以下,用四分法缩分至500 g。

注:粒度小于20 mm的产品的生产检查取样参照验证取样。

2) 验证取样

每批随机选取不少于20%的包装件。在每件中随机采取不小于20 mm×20 mm的3个小样,每个小样的质量大致相等。取样总量不少于5 kg。所取小样全部破碎至2 mm以下,用四分法缩分至1 kg,混匀后分成两等份,一份制样作化学分析用,一份作为保留试样。

5.1.18 硼铁

1) 生产检查取样

沿硼铁锭半径分成三等份,在每等份中点的垂直平面上按上、中、下部位分别随机采取质量大致相等的试样。从中心向边缘各等份中点的取样量比例为2:3:4。每炉取样总量应不少于150 g。

2) 验证取样

每批应选取25%的包装件。在每件中随机采取不少于3个金属块,在每个金属块的上、中、下部位各采取质量大致相等的小样。取样总量应不少于300 g。所取小样应全部破碎至10 mm以下,混匀后分成两等份,一份作化学分析用,一份作为保留试样。

5.1.19 磷铁

1) 生产检查取样

取液体样:

在铁水浇注1/2时,将洁净的铁质样勺插入锭模中部自下向上采取液体样。取样量不少于0.3 kg。

取固体样:

沿每个磷铁锭对角线三等分线段的中点取柱状金属块,再在这些金属块上按上、中、下部位各随机采取1个小样,取样总量应不少于该炉总量的0.05%(不得少于1 kg)。

2) 验证取样

同锰铁、硅锰合金。

5.1.20 铌铁

1) 生产检查取样

在铌铁锭的不同部位,随机采取不少于3个小样。每炉取样总量不少于100 g。

2) 验证取样

每批应从不同部位随机采取不少于3个小样。每炉取样总量不少于100 g。所取小样全部破碎至10 mm以下,混匀后分成两等份,一份制样作化学分析用,一份作为保留试样。

5.2 铁合金化学分析用试样的制备方法

5.2.1 铁合金化学分析试样制备的一般规定

1) 制备的铁合金试样必须干净、无油、无锈,不得含有其他夹杂物。

2) 试样若湿润时,必须干燥后再制备。

3) 钻或刨的试样,内部无气孔、无渣,要防止钻样过热发生氧化。

4) 铁合金化学分析用试样应保存6个月。对含碳量小于0.01%或有特殊要求的试样应保存在密闭的玻璃器皿中。

5) 试样的破碎

必须将全部试样破碎成规定的粒度;破碎时要防止破碎机磨损混入杂质;使用破碎机破碎同一产品的不同牌号或破碎不同产品之前,必须先用适量需破碎的样品冲洗破碎机数次;破碎时要注意防止试样飞散;破碎后应注意将滞留于破碎机内的试样全部取出,合并到样品中去。

6) 试样的缩分

缩分试样时,按取样量破碎到规定的粒度再进行缩分。应防止试样飞散及混入其他杂质。

缩分试样时,将样品放在平板上,用不同规格的缩分板进行。缩分前必须将试样经过多次混匀,堆成堆形料堆。然后从上面垂直平压,使料堆高度降低1/2,用四分法缩分,取其对

角线部分,合并为缩分试样。

7) 试样的研细

所用工具和设备必须无油、无锈,所用研磨机或钢钵,对各种产品应专用,或进行严格清洗后再用。研细样品前,必须先用少量样品冲洗1~2次后再正式研细样品。研细过程中防止试样飞散,研细时间要短,多次过筛,防止机械磨损和过热,防止试样氧化。研磨困难时,筛分后筛中的样品不允许抛掉,必须研细至使样品全部过筛,筛分时必须有盖、有底,并轻轻摇动。

5.2.2 小样的制备

1) 取样量为2~3 kg。将试样全部破碎至1.5 mm以下,用四分法缩分,保留1.0~1.5 kg,将其全部破碎至1 mm以下,用四分法缩分至0.5~0.7 kg。将其全部破碎至0.35 mm以下,用四分法缩分,保留0.3 kg试料。

2) 粉状化学分析用试样的制备

(1) 钨铁、铌铁、硼铁、磷铁、氧化钼块:

将小样试样研磨或砸碎,使全部通过0.88 mm筛孔。混匀后用四分法缩分,一份作化学分析用,一份作为保留试样。

(2) 钼铁、高碳铬铁、硅锰合金、硅铬合金、硅钙合金、硅铁、稀土硅钢、钛铁、高炉锰铁、碳素锰铁:

将制备的小样研磨或砸碎,使之全部通过0.125 mm筛孔。混匀后用四分法缩分,一份作化学分析用,一份作为保留试样。

(3) 低碳锰铁、中碳锰铁、稀土硅铁镁合金:

将制备的小样研磨或砸碎,使之全部通过0.149 mm筛孔。混匀后用四分法缩分,一份作化学分析用,一份作为保留

试样。

(4) 钒铁、金属锰:

将制备的小样研磨或砸碎,使之全部通过0.177 mm筛孔。混匀后用四分法缩分,一份作化学分析用,一份作为保留试样。

3) 块状化学分析用试样的制备

钻取的试样应在断面钻取。深度为15~25 mm,保持每个钻孔的取样量大致相等,每点试样量不少于10 g;

钻好的试样通过0.149 mm筛子或者用磁铁吸附除去灰渣;

钻取或刨取的试样,全部砸碎,混匀至一定粒度,总取样量不少于150 g;

钻取的试样若湿润时必须烘干。烘干的温度控制在100℃以下;

(1) 真空铬铁、砖形块状试样用水浸泡后取出,从上面或下面以钻孔法,在每块试样的对角线上钻取三点。砸碎后混匀,使之全部通过0.84 mm筛孔,用四分法缩分,一份作化学分析用,一份作为保留试样;

(2) 微碳铬铁、低碳铬铁、中碳铬铁:在用蒸馏水流水冷却钻头的情况下,在每块试样上钻取一个点。烘干、砸碎后全部通过0.68 mm筛孔。用四分法缩分,一份作化学分析用,一份作为保留试样;

(3) 金属铬:钻取试样断面,并离表面5 mm。共钻取三点,砸碎、混匀后,全部通过1.68 mm筛孔,一份作化学分析用,一份作为保留试样。