



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 20066—2006/ISO 14284:1996

代替 GB/T 719—1984  
部分代替 GB/T 222—1984

## 钢和铁 化学成分测定用试样的 取样和制样方法

Steel and iron—Sampling and preparation of samples for the  
determination of chemical composition

(ISO 14284:1996, IDT)

2006-02-05 发布

2006-08-01 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

## 目 次

前言 .....	III
1 范围 .....	1
2 规范性引用文件 .....	1
3 定义 .....	1
4 取样和制样的技术条件 .....	3
4.1 一般要求 .....	3
4.2 样品 .....	3
4.3 取样 .....	5
4.4 制样 .....	5
4.5 安全注意事项 .....	7
5 炼钢及生铁生产中的铁水 .....	7
5.1 一般要求 .....	7
5.2 勺式取样 .....	7
5.3 管式取样 .....	8
5.4 分析试样的制备 .....	9
6 铸铁产品用铁水 .....	9
6.1 一般要求 .....	9
6.2 勺式取样 .....	9
6.3 管式取样 .....	10
6.4 分析试样的制备 .....	10
6.5 测定氧、氮、氢用试样的取样及制样 .....	11
7 钢产品用钢水 .....	12
7.1 一般要求 .....	12
7.2 勺式取样 .....	12
7.3 管式取样 .....	12
7.4 分析试样的制备 .....	13
7.5 氧的测定用试样的取样和制样 .....	14
7.6 氢的测定用试样的取样和制样 .....	14
8 生铁 .....	15
8.1 一般要求 .....	15
8.2 份样 .....	15
8.3 分析试样的制备 .....	16
9 铸铁产品 .....	17
9.1 一般要求 .....	17
9.2 取样和制样 .....	17
10 钢产品 .....	18
10.1 一般要求 .....	18
10.2 从铸态产品中取得原始样品与分析试样 .....	19

10.3 从压延产品中取得原始样品与分析试样 .....	19
10.4 分析试样的制备 .....	20
10.5 含铅钢的取样 .....	21
10.6 测定氧用分析试样的取样和制样 .....	21
10.7 测定氢用分析试样的取样和制样 .....	21
附录 A (资料性附录) 铁水和钢水用取样管 .....	23
A.1 一般要求 .....	23
A.2 浸入式取样管 .....	23
A.3 流体取样用取样管 .....	26
A.4 吸入式取样用取样管 .....	26
A.5 取样管的脱氧系统 .....	26
A.6 样品品质 .....	26
附录 B (资料性附录) 测定钢水中氢用取样管 .....	28
B.1 一般要求 .....	28
B.2 浸入式取样管 .....	28
B.3 吸入式取样管 .....	28

## 前 言

钢和铁化学成分测定用试样的取样和制样方法不仅是准确、客观、全面地反映钢铁产品质量的关键环节,也是企业生产过程中质量控制的重要环节。

本标准等同采用 ISO 14284:1996《钢和铁 化学成分测定用试样的取样和制样方法》(英文版)。

本标准代替 GB/T 222—1984《钢的化学分析用试样取样法及成品化学成分允许偏差》中对钢的化学分析用试样的取样方法部分和 GB/T 719—1984《生铁化学分析用试样取制样方法》。

本标准与 GB/T 222—1984 中相关部分和 GB/T 719—1984 比较,有很大的不同,原标准中关于钢铁化学成分测定用分析试样取样制样方法,只是在试样的代表性、取样时机、部位、样品数量、大小及清洁要求等方面作了原则或简单的规定,特别是对钢的化学成分测定用分析试样的制样方法基本未作规定。而本标准除在这些方面有明确详细规定外,在取样设备、操作程序(包括流程图示)和操作条件、样品储存、标识、安全卫生,以及对化学分析、热分析和物理分析试样的不同要求,对测定氢、氧、氮等不同元素试样的不同要求等方面,均作了详细具体的规定。

本标准附录 A 和附录 B 为资料性附录。

本标准由全国钢标准化技术委员会提出。

本标准由全国钢标准化技术委员会归口。

本标准起草单位:冶金工业信息标准研究院。

本标准主要起草人:陈自斌、伍千思。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

GB/T 719—1984、GB/T 222—1984、GB/T 222—1963。

# 钢和铁 化学成分测定用试样的 取样和制样方法

## 1 范围

本标准规定了生铁、铸铁和钢化学成分测定用试样的取样和制样方法。这些方法分别适应于其液态和固态。

## 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 2975 钢及钢产品 力学性能试验取样位置及试样制备(eqv ISO 377:1997)

ISO 9147 生铁—定义和分类

## 3 定义

本标准应用下列定义。

### 3.1

**化学分析方法 chemical method of analysis**

通过对试样进行化学处理来测定试样中化学成分的分析方法。

### 3.2

**物理分析方法 physical method of analysis**

不是通过对试样进行化学处理来测定试样中化学成分的分析方法,例如:光电发射光谱法、X 荧光光谱法。

### 3.3

**热分析方法 thermal method of analysis**

通过对试样进行加热、燃烧或熔融处理来测定试样中化学成分的分析方法。

### 3.4

**熔体 melt**

取样时的液态金属。

### 3.5

**勺式取样 spoon sampling**

用一长柄勺从熔体中取样,或在熔体的浇注过程中取样,并铸成模块的取样方法。

### 3.6

**勺式样品 spoon sample**

从熔体中用取样勺取样,并浇铸成模块的试样。

### 3.7

**管式取样 probe sampling**

用取样管插入到熔体中取样的取样方法。

3.8

**浸入式取样 immersion sampling**

管式取样方法的一种。取样管浸入到熔体中,由于铁水(钢水)静压或重力的作用,使熔体充满取样管中的样品仓的取样方法。

3.9

**吸入式取样 suction sampling**

管式取样方法的一种。取样管浸入到熔体中,由于抽吸作用,使熔体充满取样管中的样品仓的取样方法。

3.10

**流动式取样 stream sampling**

管式取样方法的一种。取样管插入到流动的液态金属中,由于金属流体的力的作用,使其充满取样管的样品仓的取样方法。

3.11

**管式样品 probe sample**

用取样管从熔体中取得的试样。

3.12

**铸态产品 cast product**

未受形变的铁或钢产品,如铸件、连铸中的半成品、成形的铸件。

3.13

**压延产品 wrought product**

用轧制、拉拔、锻造或其他方法加工产生形变而获得的钢产品,如:钢棒、钢坯、钢板、钢带、钢管、线材。

3.14

**抽样产品 sample product**

为取样而从一定数量的铁或钢产品中确定的取样产品。

3.15

**原始样品 preliminary sample**

为了制取一个或多个分析试样而从抽样产品中取得的足量的样品。

3.16

**分析试样 sample for analysis**

按照分析所需的要求而制得的试样,它可从抽样产品中取得,或从原始样品中取得,或从熔体中取得。

分析试样包括抽样产品本身和从熔体中取得的样品。

注1:下面是几种不同的分析试样:

- 块状试样;
- 已重熔试样;
- 机械加工制得的屑状试样;
- 粉碎加工制得的碎粒状试样;
- 粉碎加工制得的粉末状试样。

3.17

**试料 test portion**

用于进行分析的试样,它是分析试样的一部分,或者是从熔体中取得样品的一部分。在某些情况下,试料可以直接从抽样产品中制得。

注 2: 以下是从取样管中取得的几种特殊形状的块状试料:

- 小圆盘状试料, 通常描述为块状样品, 由冲锻制取;
- 小块附属试料, 通常描述为小块样品;
- 小直径棒状试料, 通常描述为小棒样品, 由切割制取。

注 3: 当分析试样是屑状或粉末状, 或者用于热分析的块状试样, 其试料是通过称量取得的。对于物理分析方法, 实际用于分析的试料是分析试样中很少量的一部分。光电发射光谱分析方法消耗的试样量大约在 0.5 mg~1 mg; X-射线荧光光谱分析方法中的特征辐射仪仅源于样品中非常薄的一个表层。

### 3. 18

#### 研磨 grinding

用砂轮或砂带处理分析试样的表面, 以制备物理分析方法用试样。

### 3. 19

#### 抛光 finishing

用软转盘或连续运行的涂有耐磨材料的磨带对分析试样表面进行处理, 以制备物理分析方法用试样。

### 3. 20

#### 切(铣)削 milling

用一种机械转动多刀切割工具加工分析试样的表面, 以制备屑状试样或加工物理分析方法用试样的表面。

### 3. 21

#### 交货批 consignment

一次交货的产品的数量。

### 3. 22

#### 份样 increment

从交货批中一次取样的产品的数量。

## 4 取样和制样的技术条件

### 4. 1 一般要求

本章规定了钢和铁取样和制样方法的一般要求。取样和制样的具体要求在后面的相应章节中作了规定。

液态铁和钢、铸态铁和钢产品的取样和制样流程见图 1。生铁的取样和制样要求见第 8 章。

### 4. 2 样品

#### 4. 2. 1 品质

所采用的取样方法应保证分析试样能代表熔体或抽样产品的化学成分平均值。

分析试样在化学成分方面应具有良好的均匀性, 其不均匀性应不对分析产生显著偏差。然而, 对于熔体的取样, 分析方法和分析试样二者有可能存在偏差, 这种偏差将用分析方法的重现性和再现性表示。

分析试样应去除表面涂层、除湿、除尘以及除去其他形式的污染。

分析试样应尽可能避开孔隙、裂纹、疏松、毛刺、折叠或其他表面缺陷。

在对熔体进行取样时, 如果预测到样品的不均匀或可能的污染, 应采取措施。

从熔体中取得的样品在冷却时, 应保持其化学成分和金相组织前后一致。

值得注意的是, 样品的金相组织可能影响到某些物理分析方法的准确性, 特别是铁的白口组织与灰口组织, 钢的铸态组织与锻态组织。

#### 4. 2. 2 大小

块状的原始样品的尺寸应足够大, 以便进行复验或必要时使用其他的分析方法进行分析。

制备的分析试样的质量应足够大,以便可能进行必要的复验。对屑状或粉末状样品,其质量一般为 100 g。

块状的分析试样的尺寸要求取决于所选定的分析方法,对于光电发射光谱分析和 X 射线荧光光谱分析,其分析试样的形状与大小由分析仪器决定。本标准中给出的分析试样的尺寸外形仅供参考。

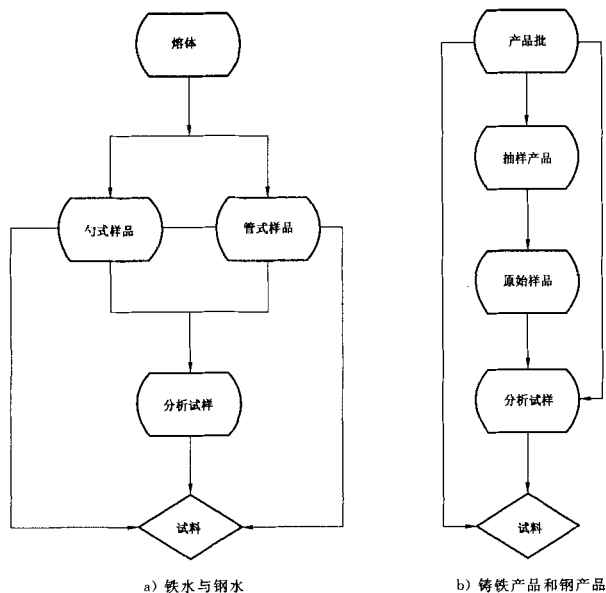


图 1 取样和制样程序示意图

#### 4.2.3 标识

分析试样应给定唯一的标识,以便能识别出抽样产品所取自的熔体,必要时,记录下熔体的样品处理条件和从抽样产品中取得的原始样品或分析试样的取样位置。

生铁的分析试样应给定唯一的标识,以便能识别出交货批或部分交货批以及取自交货批的份样。

使用的标识或其他相似的标识方法应确保给定标识的剩余试样与分析试样相关联。

记录样品状态和条件的标识应确保不与有关的分析记录等项目的标识相混淆。

#### 4.2.4 保存

应该有适当的贮存设备用于单独保存分析试样。在分析试样的制备过程中和制备后,分析试样应该防止污染和化学变化。

原始样品允许以块状形式保存,需要时再制取分析试样。

分析试样或块状的原始样品要保存足够长的时间,以保证分析实验室管理的完整性。

#### 4.2.5 仲裁

样品用于仲裁时,分析试样的制备应该由供需双方或他们的代表共同完成。制备分析试样时所用的方法应该有记录。

用于贮存仲裁分析试样的容器应该由双方或他们的代表一起密封。除非有不同意见,该容器由对样品制备负责的任何一方的代表保存。



### 4.3 取样

#### 4.3.1 从熔体中取样

为了监控生产过程,需要在整个生产过程的不同阶段从熔体中取样。根据铸态产品标准的要求,可以在熔体浇注的过程中进行取样来测定化学成分。对于生产铸态产品的液体金属的取样,分析试样也可以按照产品标准要求从出自同一熔体、用作力学性能试验的棒状或块状试样上制取。

熔体的取样过程是根据对样品品质(见 4.2.1)的要求而进行的一个独立的处理过程。从熔体中取得的样品常常有如下形状:小铸锭、圆柱、矩形块、冷铸圆盘或附带有有一个或多个小棒样品的组合圆盘,有时是一些附带小块样品的圆盘。

注 4: 用于铁水和钢水的取样管可从供应商处购买;不同类型的取样管的主要特征的不同见附录 A 和附录 B,图中的尺寸仅供参考。

#### 4.3.2 从成品中取样

在可能的情况下,原始样品或分析样品可以从按照产品标准中规定的取样位置取样,也可以从抽样产品中取得的用作力学性能试验的材料上取样。

对于铸铁产品,分析试样可以从铸态产品的棒或块中取样。

对于锻造产品,分析试样可以从未锻造的原始产品中,或从锻后的产品中,或从额外锻造的产品中取样。

当产品标准中没有作相应规定时,或者在产品订货中已注明时,分析试样的取样可由供需双方协商确定,即可从力学性能试验的试样上取样,也可从抽样产品中直接取样。

原始样品或分析试样可用机械切削或用切割器从抽样产品中取得。对有些元素的取样应考虑有一些特殊的措施。

### 4.4 制样

#### 4.4.1 样品的前处理

如果样品中的某一部分的化学成分有可能不具有代表性,例如氧化,首先要研究样品的特性和化学成分的变化范围,然后除去样品中已发生了成分变化的部分。接下来应该对样品采取保护措施防止化学成分发生变化。

必要时,应采用合适的方法去除在样品制备过程中使用的涂层,使要被切削的金属表面完全外露。金属表面要使用适当的溶剂除油,但应保证除油的方法对分析结果的正确性不产生影响。

#### 4.4.2 屑状分析试样

分析试样是由有一定的形状和大小的屑状试样组成。它是通过钻、切、车、冲等方法制取的。屑状试样不应从受切割火焰的热影响的部位取得。

制样过程中所使用的工具、机械、容器应该预先进行清洗,以防止对分析试样产生污染。

机械加工试样时,切下的屑状物不应该过热,这可从它的颜色变化来判断(发蓝或发黑)。对于合金钢的某些钢种的屑状物会不可避免的出现变色,例如锰钢和奥氏体钢,应通过选择合适的工具和切削速度来尽量减小影响。

必要时,对加工的样品进行热处理来软化样品。

只有当屑状物能用适当的不残留溶剂清洗时,才能在机械加工过程中使用冷却剂。

称取试样前,屑状试样应该充分混合。一般情况下,使用在平面上滚动的容器或使用翻转容器进行混合,其效果较好。

#### 4.4.3 粉末或碎粒状分析试样

不能用钻取方法制备屑状样品时,样品应该切小或破碎。然后用破碎机或振动磨粉碎。振动磨有盘磨和环磨。制取的粉末分析试样应该全部通过规定孔径的筛。

在用热分析测定碳的情况下,用破碎机破碎制成的分析试样的碎块颗粒尺寸范围大约在 1 mm~2 mm。

用于粉碎的设备的所使用到的材料应该不影响样品的成分。应该进行适当的试验以证实使用该设备不会影响到分析试样的成分。

粉碎方法不能用于含有石墨的铁的制样。

进行过筛操作时,应该注意避免样品的污染和损失。过筛硬材料时,应该注意避免损坏筛的筛丝。

称取试样前应对分析试样进行均匀化处理。通过搅拌能使粉末样品均匀化。

**注意:**当金属颗粒小到约 150  $\mu\text{m}$  时,可能有着火的危险。在粉碎的过程中要确保通风。

#### 4.4.4 块状分析试样

##### 4.4.4.1 分析试样的选择

分析试样是通过切割从抽样产品或原始样品中制取的,其尺寸大小及形状要适合分析方法的需要。样品可用锯切、砂轮切、剪切或冲切方法进行切割。

产品标准中没有明确规定时,如果材料有足够的厚度,物理分析方法用样品应该在产品的横截面上制取。

##### 4.4.4.2 分析试样的表面制备

分析试样的表面制备应该制备到露出适合于分析方法使用的表面。已受切割火焰热影响的样品的任何部分不能用于制备分析表面。用于制备样品的设备应该设计成尽可能减小样品的过热,其中要有相应的冷却系统。

用于表面制备的四种主要设备如下:

- 通过铣床反复操作使金属铣到预定的深度,它适用于硬度范围适合于铣削的样品。需要时,该设备具有能够加工从熔体中取得,且仍热的样块;
- 磨床有固定式、转动式或往复式,它通过反复操作使金属样品可以磨到预定的深度;
- 平板抛光机有磨盘式、连续磨带式,它用于对分析试样表面研磨到一定的抛光级别;
- 带有喷砂、喷磨砂、或金属丸的喷丸机用来清洁分析试样或试料的表面。

制备后,分析试样的表面应该平整且没有对分析结果准确度产生影响的缺陷。

切割及表面制备可以手动也可自动完成。商业上出售的系统装置,可以完成从熔体中取样到自动完成各阶段的处理。有两种厚度的管式样品[见附录 A 中 A.2.3 c]的表面自动制备系统装置和冲压加工试料的系统装置,可带有对样品的喷丸处理设备以及冲压前对样品热处理软化的设备。

应该根据分析方法所测定元素的要求,用于制备分析试样的最后阶段的磨料应选择避免污染表面的材料。磨料的粒度应该与分析方法所需的表面光洁度要求一致。

对于光电发射光谱分析方法,使用的磨料的粒度在 60 级到 120 级较合适。对于 X-射线荧光光谱分析方法,其选择的表面制备方法应该确保样品与样品间的表面抛光级别具有较好的再现性。另外,不得污染表面。

磨料的影响取决于所使用的分析方法。当使用光电发射光谱分析方法时,一般预激发能清除分析试样表面的由于研磨产生的污染。使用新砂轮时,要特别注意避免表面污染。

使用 X-射线荧光光谱分析方法时,应该检查是否存在潜在表面污染等缺陷。

制备以后,分析试样应进行目视检查,表面应该没有颗粒异物,没有表面缺陷。如果存在缺陷,应该重新处理表面或放弃使用。分析试样应该干燥,并且应防止制备好的试样表面被污染。

##### 4.4.5 用重熔方法制备分析试样

小块或屑状样品,或者抽样产品本身的一部份可以使用有氩气保护的熔融设备重熔。样品重熔成直径为 30 mm~40 mm 厚度为 6 mm 的圆盘,它适合于用物理分析方法。有些型号的重熔设备带有离心浇铸装置。

在重熔过程中可能出现某些元素的部份损失。因此有必要保证选择性挥发或离析,或者在化学成分上的任何变化是定量已知的,或者对分析结果没有显著性的影响。应该进行适当的试验,以证实成分的任何变化较小且再现性较好。

使用的设备和所采用的重熔方法应该设计成防止或减小成分的变化,并确保任何变化有较好再现性。重熔过程中应该使用抗氧化剂,例如 0.1% (质量分数) 锆。用于分析测量的校正方法应该考虑到已经存在的变化。

并非所有的黑色金属都能用这种方式重熔。下面的情况不能使用本方法来制备样品: 被测某一重要元素重熔时其成份变化且再现性不好。

#### 4.5 安全注意事项

##### 4.5.1 个人防护

要提供个人防护装备,以保证减小取样及制样过程中人员受伤的危险。对液态金属取样时,防护应该包括防护服、保护手套、面罩以防止溅伤。固体金属的取样与制备时,防护应包括防护服、手、眼和听觉保护,必要时还要进行呼吸保护。

##### 4.5.2 机械

机械取样和制样应该按照相应的国家标准进行。用于表面制备的磨样操作安全遵守国家有关法规规定。

##### 4.5.3 有害物质

对样品和试料进行清洗和干燥处理时,会使用到溶剂,对于溶剂的使用要参照国家相应的规定进行。

### 5 炼钢及生铁生产中的铁水

#### 5.1 一般要求

这些方法可用于炼钢或者铸态生铁的高炉铁水的取样,这种铁水常称作热金属。铁水取样通常是在当熔体注入到铁水罐时的高炉铁水沟、或者从铁水罐取样,或者在对铁水罐的前处理过程中取样,或者是在熔体铸成生铁的过程中取样。

从高炉出铁的过程中,铁的化学成分可能有波动。应该在规定的时间间隔内取两个或两个以上的样品进行测定,取其平均值。

使用物理分析方法时,取样方法应该设计成能使液体金属以一种确保样品的金相组织适合于所选择的分析方法要求的方式进行冷却。

#### 5.2 勺式取样

##### 5.2.1 取样方法

对于从熔体中取样,将经过预热处理的钢勺浸入到熔体中,使铁水充满钢勺。拉回钢勺,去掉勺中铁水表面上的炉渣。

对于从流体中取样,将经过预热处理的钢勺导入到铁水罐的流体中,使铁水充满钢勺。

很快地将取样勺中的铁水倒入到金属模中,并尽可能使铁水迅速冷却。然后脱模,样品去掉冒口。

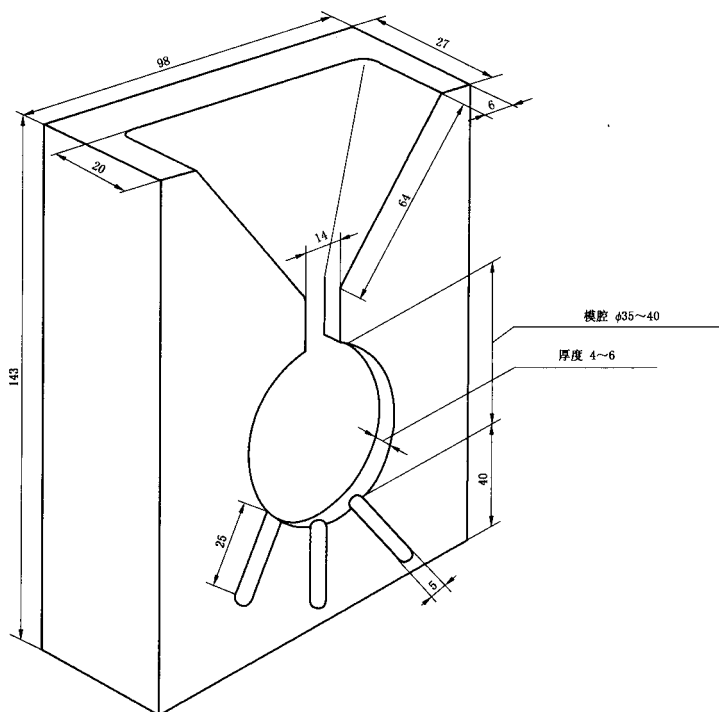
铁水应该倒入冷模中以保证适当的冷却。在有必要时,模子应该在使用前进行空气冷却。模子应该没有湿气。

盘状样品通常被称为硬币状样品,可用两瓣钢模取得,一般其样品直径为 35 mm~40 mm、厚度为 6 mm~12 mm。模子由两瓣构成,用时合在一起,一瓣为平的冷盘,另一瓣为一块模腔。模腔的边缘是楔形的,例如从 38 mm 到 32 mm,这样以利于样品脱模。硬币状样品在模中铸造时呈水平或垂直状。

用组合模取得的硬币状样品带有一处或多处附带小块样品。如果需要时,可取下这些小块样品来用作热分析方法的分析试样(用作铸铁生产过程中的铁水取样组合模示意图如图 2 所示)。

用铸铁或钢的组合分模取得的薄板状样品的边缘为圆弧形,一般其样品尺寸为 70 mm×35 mm、厚度为 4 mm。组合模的两部分的冒口的顶部处为锥形,使用时两部分相互夹紧。此种型号的组合模适用于较高碳含量的铁水取样。

单位: mm



注:图中没有表示的急冷板的尺寸与图所示一致。

图 2 铸铁产品的铁水取样用垂直型组合模

### 5.2.2 设备的维护

取样勺和金属模要保持洁净和干燥。使用后,要除去炉渣和结壳,且用钢丝刷清洁模子表面。

如果模子内表面有损伤,应该进行机械再加工。这样可避免在样品进行表面制备时需要另外的机械加工处理。

## 5.3 管式取样

### 5.3.1 一般要求

附录 A 描述了不同类型的用于高炉铁水的取样管。取样管应该设计成能制备出盘状样品的白口铁的模式,样品要有足够的厚度以满足选择物理分析方法的需要。

管式取样受如下因素的影响:取样器插入熔体的角度、深度以及浸入铁水的时间引起铁水温度的变化。对于一个炼铁过程,应该考虑这些影响因素,严格控制以保证分析试样的品质。

### 5.3.2 取样方法

从熔体中取样,要将一个合适的浸入式管式取样器以尽可能垂直的角度插入到熔体中。

从高炉铁水沟中取样,要选择合适的浸入位置以保证所用的管式取样器插入液体金属中有足够的深度。对大多数型号的取样管而言,其深度大约是 200 mm。

从铁水流中取样,要将合适的吸入式管式取样器从铁水包导入流动金属中,其导入角度与垂直方向约为 $45^\circ$ ,导入位置尽量靠近铁水包注口。

经过预先确定的时间后,从熔体中拉回管式取样器,打碎管子,允许样品在空气中冷却。

#### 5.4 分析试样的制备

##### 5.4.1 原始样品

除去从熔体中取得的样品的表面氧化物,以避免在后面的制备过程中可能污染分析试样。

##### 5.4.2 化学分析方法用分析试样

用破碎机或振动研磨机粉碎样品,制备足够量的分析试样,其粒度最好小于 $150\ \mu\text{m}$ 。

另一方法是用按 8.3.1 所述的低速钻床制备屑状样品。

##### 5.4.3 热分析方法用分析试样

将盘状样品附带的小棒样品或管式样品的小块样品加工成一定量的试料。测定次数要有代表性,取其平均值。

另一方法是用破碎机破碎这些小棒样品或小块样品制取足够量的分析试样,其粒度大约为 $1\ \text{mm}\sim 2\ \text{mm}$ ,粉碎过程中要避免产生细粉料。用类似的方式破碎片状样品。

##### 5.4.4 物理分析方法用分析试样

对于盘状样品,必要时除去所有小棒样品或小块样品,磨光样品表面直到露出白口组织,此处为样品有代表性的部位。用这种方法要除去的量应该由取样条件和该铁产品的化学成分来确定,一般除去的厚度为 $0.5\ \text{mm}\sim 1\ \text{mm}$ (见 A.6)。

对于片状样品,制成两片,以获得适合于分析要求的样品。

通过研磨和抛光制备样品的表面时,研磨应该用湿法,以避免样品过热,但是,最后要进行样品表面干燥抛光。另一方法是进行研磨后将样品浸入水中冷却,然后进行干燥抛光。

制备薄片样品的表面时要特别小心。要设计一个特制的夹具以较好地固定住样品,确保进行磨样和抛光操作。

### 6 铸铁产品用铁水

#### 6.1 一般要求

以下方法适用于从冲天炉、电炉、双炼法混合炉,以及铁水包和前处理容器中的铁水中取样。

铁水在浇注生产过程中可能不均匀。应采用必要的措施使取样方法适合于特定的生产过程的需要。例如混合炉中的铁水有分层,取样时要确保分析能代表整个熔体。

对于分批生产时,应该从熔炉中取二个或更多的样品,最好在出炉近三分之一和三分之二时取样,进行测定,取平均值。对于连续生产时,取样应保持有规律的时间间隔。

取样方法一般要将取样勺中的铁水迅速浇注后,尽可能快地冷却样品以得到白口铁组织、防止石墨化。通过急冷铸造获得的白口铁组织一般用于物理分析方法。

非急冷却的样品也可以使用。对于这种情况,样品是从取样勺中的特别铸态中取样或从用于力学性能试验的试样棒或试样锭中取样,试样棒或试样锭是从用于生产铸体或铸件的同一金属中分别铸造的。

在生产大型或大量铸件时在征得用户同意后,应该取二个或二个以上的样品。

用于测定氧、氮、氢的铁水样品的取样和制样方法要采取特殊的方法(见 6.5)。

#### 6.2 勺式取样

##### 6.2.1 一般要求

取样应该在往熔体中加入任何添加剂之前进行。

另外,在取样前要充分搅拌熔体,为减少加入添加剂的直接影响,要留有足够的时间进行取样。在取样前没有足够的准备时间将会严重地减小取样的代表性。

由于生产过程中可能受铁渣污染,球墨铸铁的取样特别困难。在这种情况下,可用一个陶瓷盘对铁水过滤后再进行取样。

注 5: 注意在加入添加剂之前取得的样品不能代表铸件的化学成分。

## 6.2.2 取样方法

涂有一层耐火材料(如硅石)的石墨勺或钢勺适用于下列方法之一:

- a) 扒去熔体表面上的炉渣,将预热过的取样勺浸入熔体中并装满铁水;
- b) 在浇注过程中,将预热过的取样勺导入铁水流中并装满铁水。

## 6.2.3 急冷样品

迅速将取样勺中的铁水倒入石墨制、赤铁制或铜制的分模中,制成小平盘状样品,其厚度为 4 mm~8 mm。铁水凝固后,尽快使样品脱模以避免模子过热和样品破碎,然后去掉冒口。

通常,硬币状样品有直径为 35 mm~40 mm 的圆形、50 mm×27 mm 矩形或 50 mm×50 mm 正方形。一般圆形样品垂直铸成,矩形或正方形样品水平铸成。

模由两块组成,使用时夹在一起。一块为急冷的平板,另一块带有模腔。模腔做成边缘渐小结构以利于脱模。

带有一个或多个小棒样品的硬币状样品可由组合模制得。需要时,用这些小棒样品作热分析方法用料。这种类型的垂直模常常被描述成书本模,它由低磷高碳的灰口铁、石墨、铜或水冷铜制成,见图 2。制成的盘式样品,其直径为 35 mm~40 mm、厚度为 4 mm~6 mm,并附带有 3 个直径为 5 mm 的小棒样品。

取样勺中铁水的温度应尽可能的高,但要与模材料的承受能力(如热容量)一致。重要的是要保证快速急冷,以便制备白口铁组织的分析试样。有必要时模子在使用前应空气冷却。模子要求避免湿气。在需要进行反复取样的情况下,应该准备有多个模子替换,以使模子得到充分冷却。

应该避免由于模子过热产生的热应力可能引起硬币状样品的破裂。

## 6.2.4 非急冷样品

迅速将取样勺中铁水浇注到沙模中,得到直径为约 50 mm、长度为 40 mm~50 mm 圆柱状样品。

另一种方法是从力学性能试验的试样棒或试样锭上取得分析试样。试样棒或试样锭可用浇注勺从铁水包中取得的铁水进行浇注而成,在使用小型手工浇注容器时,则也可直接从铁水包中浇注而成。通常试样棒直径为 30 mm 长度为 150 mm,用沙模垂直或水平浇注方式浇注。

样品脱模前,要完全冷却。

## 6.2.5 设备的维护

浇注勺和金属模要保持洁净和干燥。使用后,要除去炉渣和结壳,且用钢丝刷清洁模子表面。

如果模子内表面有损伤,应该进行机械再加工。这样可避免在样品进行表面制备时需要另外的机械加工处理。

## 6.3 管式取样

管式取样的应用范围很有限,仅在铸铁产品的生产过程中使用。需要时,取样管从熔体中取得的样品应该能保证满足分析方法要求的金相组织和分析品质。

## 6.4 分析试样的制备

### 6.4.1 前处理

用钢丝刷或喷砂清理掉砂铸样品表面粘附的砂子。磨去表面氧化层。

根据所选用的分析方法,按 6.4.2、6.4.3 或 6.4.4 要求制备试样。

### 6.4.2 化学分析方法用试样

#### 6.4.2.1 一般要求

用机械加工方法制备屑状样品,应该用低速(100 r/min 到 150 r/min)碳化钨刀具钻取或车取。调节加工速度使制备出的屑状样品均匀,避免产生粉细颗粒。注意要避免加工过程中刀具和样品过热。

屑状样品应尽可能成整块,每块约 10 mg(每克 100 块)以避免石墨的粉化和损失。因为金属与石墨的分布可能出现变化,屑状样品不能用溶剂洗或磁选。直径为 10 mm 的工具适合于钻取屑状样品。

测定全碳用的屑状样品的尺寸范围是 1 mm~2 mm。

当样品不适用于机械加工时,样品可以用破碎机或振动研磨机破碎来制得屑状样品,以此制取足够量的分析试样,其粒度小于 150  $\mu\text{m}$ 。使用这种方法应保证不要造成样品污染。

#### 6.4.2.2 制样方法

当通过钻取制取样品时,急冷样品应弃去表面部分的屑状样品。

对于柱形块状的非急冷样品,在块的长度方向的三分之一处横向钻取,然后从其对面位置再次钻取。弃去两面径向小于三分之一深度处的样品,继续钻取其中心部分作为分析试样。

对于试样棒,使用下面方法之一制取:

- a) 磨平试样棒的两面,从长度方向三分之一处的一面钻到另一面;
- b) 用车床加工试样棒时,在不使用车液或冷却剂的情况下其最大进刀量为 0.25 mm。沿径向切割时从表面切至中心,或者切取试样棒一个横截面,不能只切试棒的表面。弃去从表面切取的样品。

不能采用机械加工的产品,则破碎制备样品,或者在试样棒近底部(三分之一处)的横截面处切取 3 mm 厚的圆盘破碎来制备样品。用破碎机或振动研磨机破碎来制得足够量的分析试样,其粒度小于 150  $\mu\text{m}$ 。

#### 6.4.3 热分析方法用块状试样

从急冷样品上取下附着的小棒样品,经破碎或切割加工成小块试样作为试料。

另一种方法是用破碎机破碎小棒样品来制备分析试样,其粒度约 1 mm~2 mm。在破碎时要避免产生太细的样品。

对于非急冷样品,从柱形块或试样棒的截面处用锯切取 3 mm 的圆盘或薄片,破碎制取适当质量的样品作为试料。

测定次数要有足够的代表性,取平均值。每块试料的质量应该不小于约 0.3 g。

#### 6.4.4 物理分析方法用试样

对于急冷样品,除去附带的小棒样品,然后用固定头研磨机磨至表面露出样品有代表性的白口组织。用这种方式除去的材料的量取决于特定的铁的化学成分和取样状态;除去层的厚度一般至少 1 mm。

样品研磨时推荐使用空气冷却。可用湿磨以防止样品过热,但最后处理时应该干磨或干抛光。如果过度磨到超过急冷区域时,会引起分析误差,要有常规的方法跟踪考察急冷样品,确保其金相组织适合于该分析方法用试样的制备。

对于非急冷样品,用打磨或抛光机械除去样品表面近 1 mm 的厚度。样品研磨时推荐使用空气冷却,而不能用液体冷却剂冷却。

对于受偏析影响的铁,例如工程用高磷铁、高硅球墨铸铁或铸造生铁,应该在分析试样的两个表面制备,并取其平均值。

在表面制备的过程中应该避免样品过热。因为这有可能产生表面裂纹而影响分析结果的准确度。

薄的硬币状样品的表面制备时需要仔细。要设计一种特殊的钳子在打磨操作时使用。

注 6: 对于分析试样表面的制备,固定头磨比摆动头磨更合适,摆动头磨可能磨不出平坦的表面。

#### 6.5 测定氧、氮、氢用试样的取样及制样

##### 6.5.1 一般要求

仅当浇注生产中需要控制其一定限量时,才进行氧、氮和氢的测定。取样和制样方法应该减少氢的损失,并且要避免氧、氮和氢污染样品(见 7.5 和 7.6)。

## 6.5.2 方法

用于测定氢的样品要迅速冷却。当样品固化后立即脱模,迅速急冷。丙酮和二氧化碳干冰的混合物膏剂适合于急冷。样品应该浸入到冷却剂中贮存,冷却剂可以使用液氮或者丙酮和二氧化碳干冰的混合物膏剂。

急冷铸态样品的小棒样品适合于进行氧和氮的测定。这种样品可用勺式取样取得,如需按 6.2 浇注铁水到组合模中并得到直径 6 mm~8 mm 的小棒状样品,则需要修改组合模的结构,按如图 2 所示加了三个小空腔以制得所需直径的小棒状样品。

## 6.5.3 试料的制备

用带碳化钨刀具的车床除去所有氧化痕迹的表面。用分离工具横向切开样品得到合适质量的用于分析的试料。在制备用于测定氢的试料时,样品要不断用粉碎的二氧化碳干冰冷却,避免过热。

要确保制备试料与进行分析之间不要延误时间。

## 7 钢产品用钢水

### 7.1 一般要求

以下方法适用于在钢的熔炼、二次处理及浇注期间从炉子、钢包或其他容器的钢水中进行取样和从中间包及结晶器中进行取样。

对于氧(7.5)和氢(7.6)的测定,钢水的取样及制样应该有特殊的要求。

### 7.2 勺式取样

#### 7.2.1 方法

从熔体中取样是将取样勺穿过炉渣插入熔体中使钢水注满取样勺的过程。取样勺首先浸入到炉渣层中,由于急冷而覆盖上一层炉渣,这样可防止样品粘附在取样勺上。拉回取样勺,用扒渣法除去取样勺中钢水表面的炉渣。

从流体中取样是将取样勺导入从钢包流出的钢流,使钢水充满取样勺,然后抽回样勺。

应当注意,当将取样勺导入钢流时,由于从炉口流出的钢水会产生冲击力,取样时有必要减小钢水的流速。

必要时,向取样勺内的钢水中加入已知量的脱氧剂。当钢水静止(10s 后),立即将其注入到有一定锥度的圆柱钢模中。样品顶部直径约 25 mm~40 mm,底部直径约 20 mm~35 mm,长 40 mm~70 mm。

将样品脱模,并让样品以设计好的能避免裂纹的方式进行冷却。冷却样品要足够慢,以保证样品容易进行机械加工。

对于不锈钢的取样,可以用耐火材料杯替代铸铁盘来作模具,其杯壁厚度在 10 mm~12 mm。击碎耐火材料杯从而使样品脱模。

注 7:在取样勺中经常使用铝线作为脱氧剂,应保证铝不会对化学分析产生干扰,或者对测定熔体中铝的含量没有要求。铝的加入量通常为 0.1%(质量分数)~0.2%(质量分数)。其他脱氧剂,如钛或锆,其加入量与此规定范围相当。

#### 7.2.2 设备的维护

取样勺和金属模要保持洁净和干燥。使用后,要除去炉渣和结壳,且用钢丝刷清洁模子表面。

如果模子内表面有损伤,应该进行机械再加工。这样可避免在样品表面制备时需要另外进行机械加工处理。

### 7.3 管式取样

#### 7.3.1 一般要求

附录 A 列出了钢水用主要几种不同型号的取样管。

取样管取样受这样一些因素的影响:炉渣、取样管浸入熔体的深度和浸入熔体的时间。对于特定的



成分范围,要确定这些因素的影响程度,以及钢的温度的影响,然后严格控制确保分析达到所要求的质量标准。

应采取必要的措施保证取样管取样时不污染钢水样品,尤其是要求对低含量元素的测定时的取样。取样管组成材料的选择、样腔的设计和进样系统,以及脱氧方法,这些都应该将污染减到最小(脱氧剂的污染除外)。

### 7.3.2 取样方法

在熔炼炉和钢包这类较深的熔体中的取样,应将合适的取样管迅速浸入熔体,穿过炉渣层,尽量达到熔体的中心,并尽可能成 $90^\circ$ 角。

在中间包这类较浅的熔体中的取样,从钢锭模或结晶器的顶部,导入合适的吸入式取样管,穿过炉渣层或粉末覆盖层,达到熔体,使取样管局部真空时间约2s,让钢水充满模子。

有些中间包的钢水有足够的深度,这种情况也可以使用浸入式取样管。

对于流体的取样,导入合适的流体取样管到钢包的金属流体中,成 $45^\circ$ 角度,并尽可能靠近钢包的排出口。

在向流体中导入取样管时要小心,必要时减小金属流体的流速。

在预定的时间间隔之后,拉回取样管,砸碎之后,使之在空气中缓慢冷却至暗红色,然后以不会导致裂纹的方法用水淬火。

在有些情况下,管式样品在运到实验室时仍是热的。

## 7.4 分析试样的制备

### 7.4.1 前处理

从熔体中取来的样品,去掉其可能对后面制备分析试样产生污染的表面氧化物。

### 7.4.2 化学分析方法用分析试样

对于圆柱形样品,在圆柱形样品距底部三分之一高度处的位置钻取,并通过样品的中心,弃去从样品表面层得到的屑片。

另一方法是用切割机去掉圆柱形样品底部的三分之一,将剩下部分露出的整个表面进行机械加工。必要时进行热处理使样品足够软化。

对于管式样品,从圆盘样品中按10.4.2的要求进行钻取或研磨制得屑状样品。

### 7.4.3 热分析方法用分析试样

对于管式样品附带有数个小块样品,取其一小块样品用来制备试料。

对于双厚度的管式样品,从圆盘薄的部分取一小块样品用来制备试料。如果样品的洛氏硬度大于25HRC时,应进行必要的热处理使样品足够软化,以便易于进行冲床加工。

对于圆盘附带小棒的管式样品,从小棒样品上切取合适质量的样品用于制备分析用的试料。

对于圆柱形样品可用钻取或研磨来制备样品。

低碳钢中碳的测定样品加工需要特别小心,在制备试料的过程中要防止污染,所有操作都要使用镊子。

### 7.4.4 物理分析方法用分析试样

对于附带有小棒状圆柱形样品,用砂轮切割机或其他切割工具切下样品底部用于制备分析试样,通常厚度为20 mm~30 mm。由砂轮切割机切下的样品表面要抛光(或研磨)后才能用于分析,由其他切割工具切下的样品表面在分析前也可以进行抛光(或研磨)。

管式样品要除去所有附着的小块样品和小棒样品,然后对圆盘样品表面进行打磨或抛光,直至露出能具有样品代表性的表面。其去掉的样品厚度通常在1 mm~2 mm(见附录A中A.6),用这种方式除去材料的量取决于特定的钢的化学成分和取样状态。对于有两种厚度的管式样品,用盘状样品的厚层部分进行制备。

对于含铅钢样品,其样品的表面制备设备应该安装在封闭的环境中,并装有除尘设备。

注意：含铅钢进行表面制备时产生的废弃物，以及除尘过滤系统中收集的粉尘应该依照有关含铅废料的法规规定妥善处理。

## 7.5 氧的测定用试样的取样和制样

### 7.5.1 取样方法

根据取样管的型号决定测定氧的钢水的取样方法，不同型号取样管的主要特性在附录 A 中进行了描述。所使用的取样方法应该保证取样操作不会影响熔体中碳氧平衡。应注意避免污染样品，除去样品制备各阶段的所有表面氧化物。

管式样品的小附着物样品，如直径小于 5 mm 小棒样品或者小块样品，一般不适合于制备无表面氧化物的试样。但从有两种厚度的管式样品中冲取的小块样品有可能是合适的。在有些情况下，需要使用取样管靠重力作用取得较大质量的样品。

### 7.5.2 试样的制备

用打磨的方法除去管式样品表面的氧化物，应注意避免过热。

从管式样品的圆盘上切下一片，然后将其加工成适合于分析用量的试样。

将试样块置于不锈钢的抓柄或其他装置中固定住，用细砂打磨每一表面。所有操作都要使用镊子。

将试样块浸入丙酮或乙醇中，在空气中干燥或暴露在低真空中干燥。立即进行分析，试块制备与分析之间不应该有时间延误。

## 7.6 氢的测定用试样的取样和制样

### 7.6.1 一般要求

测定氢的钢水的取样方法是用取样管。附录 B 描述了几种主要不同型号的取样管。所使用的取样方法应该设计成控制和减小氢从管式样品中的快速渗出，在进行取样、样品的贮存以及试料的制备过程中都会发生这种渗出。渗出的损失在环境温度高时会很大，尤其是小直径样品。

管式样品应该无裂纹和表面气孔，没有湿气，尤其是没有俘获水。试料的状态对测量结果影响很大，由于样品中水的存在，分析方法会有不同的灵敏度。如果使用的是吸入式取样管，其操作方法应该避免样品中混入湿气。

取样方法的选择取决于熔体的温度、分析方法和对分析精度的要求。要研究这些关系确定能满足炼钢实际需要的合适的方法，从而取得符合品质要求的样品。要附有严密的详细操作步骤，以保证分析质量。

在取样的各阶段，以及样品的贮存和制备过程中要保持管式样品和试料处于尽可能低的温度。样品应该在冷藏剂中贮存，液态氮或丙酮与二氧化碳干冰的混合物软膏较为合适。

注 8：铁素体钢应该用这种方式贮存。奥氏体钢中氢的渗出较慢，但无论哪种材料都没有实验证明，因此建议也应该用冷藏剂贮存。

在样品进行切割和试料的制备过程中，应该保持管式样品和试料处于低温状态。浸入冰水中冷却或者浸入冷却剂中冷却要更好些。冷却后应除去试料表面的湿气，浸入丙酮中，然后用在低真空中暴露数秒钟进行干燥。

应弃去不合适于冷却和贮存的样品。

通过研磨进行试料的表面加工时，应该保持用时最少，能满足去除所有表面氧化物和缺陷即可。试料制备完成后应该立即进行分析。

### 7.6.2 取样方法

取样管有不同直径的片型和铅笔型(见附录 B)。根据制造商的说明选择取样管。

管式样品应该在冷水中淬火，淬火过程中要不断用力地进行搅拌。淬火应该在取样后 10 s 内完成，不允许超时。样品模具中的硅质样品套管应该迅速除去以便样品迅速冷却。

样品充分冷却后，浸入冷却剂中贮存并送往实验室。

当取样管设计成可以俘获渗出氢时，为了进行加工处理也应该淬火以充分冷却。

### 7.6.3 试料的制备

从管式样品的中心截面上切取适量的样品作为分析用试料。切取时应该尽量减小对样品产生过热。切取过程中应该使用大量流动的冷却液体,或频繁地将样品冷却,或同时使用两种方法冷却。

用锉平、喷砂或轻磨方法来制备试料表面。锉平时,应使用细齿锉。喷砂时,喷砂机器应避免使用污染试料表面的砂。磨平时,应经常冷却。

将试块浸入丙酮中除油,暴露在低真空中干燥后立即进行分析。另一方法是将试料浸入 2-丙醇(异丙醇)中,然后用乙醚干燥后进行分析。

## 8 生铁

### 8.1 一般要求

以下方法适用于高炉生铁的取样,这类产品一般铸成简单的形状,例如双菱形或其他类似的形状。生铁的各种型号按照 ISO 9147 进行分类。其他型号的铁也可用作铸铁生产,例如,冲天炉或电炉生产的铁。

特别注意要取得具有代表性的生铁样品。

### 8.2 份样

#### 8.2.1 份样数量

抽取生铁份样的数量要能代表该生产批或交货批。在大批量供货时,如果供需双方没有其他协议,从交货批中抽取的最小生铁样品的数量按照 ISO 9147(见表 1)规定进行。

表 1 从生铁交货批中抽取份样的最小个数

交货批质量/t	生铁样品个数
<10	9
10~20	11
>20~40	12
>40~80	14
>80~160	16
>160~300	18
>300~600	21
>600	24

#### 8.2.2 取样方法

在交货批装卸或其他转移作业过程中,用大致相等的时间间隔或质量间隔来抽取生铁份样。

交货批用运输工具供货时,取样点应该遵守一定的规则。例如五点法就是在车中心设一点,车的对角线上距车角六分之一处各一点。

料堆上取样则是在绳子上布一定数量的结点,将绳子跨过料堆,在绳子点与料堆接触处取样,重复操作直到取得足够数量的生铁样品。

如果不能接触到整个料堆表面,或接触料堆不安全时,取样点应该在料堆的表面遵守一定的规则。

另一种方法是用铲车在料堆上随机抽取一定数量的子样,然后在每个子样中随机抽取一个生铁样品。

#### 8.2.3 生铁混合交货批

生铁交货批可能包括不同批次生产的或不同来源的生铁。在交货批中,如果根据不同形状和尺寸可以进行区别,则应该根据见到的估计出每种型号生铁的比例。

在交货批中选定的每种型号的生铁中取得子样,再从子样中取得份样,从而获得交货批的加权平均

分析结果。

### 8.3 分析试样的制备

#### 8.3.1 一般要求

如果由于使用了磁抓而使份样具有残余磁性,应该用去磁线圈进行去磁处理,以防止粗细颗粒在钻取时分离。

用机械加工方法制备屑状样品时,应该用低速(100 r/min~150 r/min)新磨的刀具进行钻取。调节加工速度使制备出的屑状样品均匀,尽量减少细颗粒的产生。宜采用直径为 12 mm~14 mm 的钻头钻取屑状样品。钻头要经常磨制,同时要注意避免样品和刀具过热。

某些类型的铁,例如,海绵铁,有必要时可以使用碳化钨钻头。

屑状样品应该尽可能压紧,以避免石墨的粉化和损失。用于测定碳的屑状样品颗粒直径大约为 1 mm~2 mm。

由于会产生高比例的细粉,不应使用铣取。

因为有可能改变金属与石墨的分布,制备好的样品不能用溶剂清洗或进行磁选处理。

#### 8.3.2 化学分析方法用分析试样

按照下列方法之一制备份样:

- 对于机械加工的样品,在中部位置沿长度和宽度方向打磨出一暴露的金属表面,其直径不小于 50 mm。从穿过截面的方向开始钻取,钻至距对面近 5 mm 处。如果有必要,可与第一个洞平行的方向再钻一孔[见图 3a),3b),3c)和 3d)];
- 对于不用机械加工的样品,在中部沿长度方向破碎样品。再取断面块(不含表面)破碎成约 5 mm 的小块,然后用振动研磨机将其磨至小于 150  $\mu\text{m}$ 。

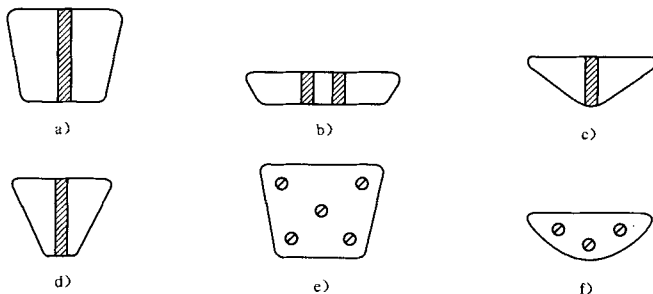


图 3 生铁的取样位置

将从每块生铁制得的样品进行等量混合。从混合物中用对角四分法取得足量的分析用样品。

另一方法是从每一独立生铁样品中取样进行分析,从而获得交货批的测定平均值。

#### 8.3.3 热分析方法用分析试样

##### 8.3.3.1 一般要求

按照 8.3.3.2 或者 8.3.3.3 的方法进行份样的制备,所选用的制样方法取决于生铁的本身要求和所采用的分析方法对样品的要求。

##### 8.3.3.2 屑状或碎块状样品

对于进行机械加工的样品,在样品中部位置的相对两个表面钻一直径为 12 mm~14 mm 的孔。除去孔周围表面的氧化铁皮及其他杂质。与原孔同轴再钻一直径为 20 mm~24 mm 的孔,从而制得尺寸大约为 1 mm~2 mm 的屑状样品。

对于不进行机械加工的样品,则按照 8.3.2 b) 制得小碎块状样品,然后将其粉碎成颗粒直径为 1 mm~2 mm 的粒状样品。

等量混合从每块生铁产品上取得的样品,用锥形四分法取得分析试样。

另一方法是分别对每块生铁样品进行分析,从而计算出交货批的平均值。

### 8.3.3.3 块状样品

在长度方向的中部截取近 3 mm 厚的整个横截面,磨去棱角。在切下样品上按如图 3e) 和 3f) 所示的位置制取碎块,从而制得适合于分析用量的试料。

另一种方法是在长度方向的中部锯断或砸碎。用套孔刀,在按如图 3e) 和 3f) 所示的位置的三个或五个点上钻取,制得直径约 3 mm 的碎片。破碎这些碎片,从而制得适合于分析用量的试料。

分析有代表性的一定数量的试料,从而获得每批生铁样品的平均值。

### 8.3.4 物理分析方法用分析试样

生铁样品一般不使用物理分析方法进行分析。如果要使用物理分析方法进行分析,那么所采用的制样方法应该考虑到铁的结构以及具有代表性的分析表面。

另一种方法是重熔小碎块样品(见 4.4.5)来制备出合适的样品。

## 9 铸铁产品

### 9.1 一般要求

从铸铁产品中取分析试样与原始样品的取样方法和取样位置,应该由供需双方根据 9.2.2, 9.2.3 或 9.2.4 所述的方法达成一致。

分析试样可从用于力学性能试验的铸态试样棒或试样块上选择取得。

要特别注意确保从铸铁产品中取得的分析试样具有代表性。在取得的样品和铸态或铸件整体间可能会存在着化学成分的差异,特别是碳、硫、磷、锰、镁的含量。偏析元素集中在铸件上部表面和下部中心;在取原始样品或取分析试样时,应该避开这些部位。要特别注意不同的加热和冷却处理过的截面尺寸和大小。对高磷含量的工程铁、可锻铸铁和球墨铸铁的取样方案必须仔细研究。灰口铁可能有偏析,应特别注意灰口铁的取样,以确保分析试样对产品化学成分的代表性。

### 9.2 取样和制样

#### 9.2.1 一般要求

取样和制样方法的选择取决于铁产品等级、铸态型号以及所选用的分析方法。

抽样产品或原始样品应用刷、磨或喷砂法除去表面吸附物并露出金属表面。应确保空心铸件内外表面的清洁。

#### 9.2.2 化学分析方法用分析试样

##### 9.2.2.1 一般要求

用机械加工方法制备屑状样品时,要使用碳化钨刀具低速(100 r/min~150 r/min)钻取或车取,控制给样速度以使制备出的屑状样品尺寸一致,且产生的细粉量最小。注意避免样品和刀具过热。在钻取样品的过程中,刀具折断时的屑状样品应该弃去。

由于产生细颗粒的比例较高,故不使用铣切加工。

屑状样品应该尽可能压紧,每块约 10 mg(每克约 100 块),以避免石墨粉化。不能用溶剂洗涤样品或用磁处理样品,因为这样会出现改变金属与石墨的分配状态的危险。

用于测定碳和氮的屑状样品的尺寸范围应该在约 1 mm~2 mm。

用机械加工方法不合适时,样品应该破碎成碎片状,然后用破碎机或振动研磨机进行研磨,以制得足够量的分析试样,其粒度小于 150  $\mu\text{m}$ 。这种方法只能在粉碎时不会导致样品污染的情况下方可使用。

### 9.2.2.2 方法

下面是几种类型铸铁的取样及制样方法：

- a) 灰口铁在铸件中央取样，此铸件取自整块铸件截面的约三分之一。不得使用铸态表面的屑状样品用于分析。如果可能的话，根据铸件的形状，从几个部位钻取屑状试样。用混合取得的试样制成分析试样。

对较大的铸件，不能钻穿整个铸件时，在这种情况下，应钻至铸件的二分之一处。

管状类的空心铸件，从管的两端和中间位置分别钻穿管壁，三个取样孔的中心轴互成  $120^\circ$  夹角。

对大型铸件，先用套料工具取直径为 3 mm~5 mm 的原始样品，然后用破碎机或振动研磨机将原始样品破碎成小片或碎块，从而制得足量的分析试样，其粒度小于  $150\ \mu\text{m}$ 。

- b) 可锻铸铁分析试样先应该进行退火处理。

退火会引起偏析，所取得样品在退火后要能代表整个铸件的截面。当制得样品厚度不同时要特别注意引起注意。

对退火后的材料进行分析时，用机械加工的方法清理表面后，用破碎机或盘式研磨机破碎成碎片或小块，用  $150\ \mu\text{m}$  的筛进行筛分，测定其每一组份的质量。分别充分混合各组份，称取适量的具有代表性的样品作为分析试样。

- c) 白口铁及合金铸铁可以按 a) 的方法钻取分析试样。

当不能钻取时，从抽样产品或原始样品上用锯(或有必要时用砂轮机)切取一薄片。如果用砂轮机切割时，要除去受热影响的区域。

用破碎机或振动研磨机将薄片破碎成小片或碎块，从而制得足量的分析试样，其粒度小于  $150\ \mu\text{m}$ 。

注 9：铸造生铁产品，当硫化锰的锰硫比超过 2:1 时，特别容易形成硫化锰偏析。

### 9.2.3 热分析方法用块状样品

按 9.2.2.2 c) 从原始样品或产品样品上切取一块薄片。

对大型铸件，先用套料工具取直径为 3 mm~5 mm 的分析试样。将此分析试样破碎(或用锯切割)成分析用适当质量的试料。分析有代表性的一定数量的试料，取其平均值。作为试料的每一片样品的质量应该不小于约 0.3g。

### 9.2.4 物理分析方法用分析试样

用锯或砂轮切割盘从抽样产品或原始样品上切取合适尺寸的分析试样。

用固定头研磨机或抛光机，或同时使用两种方法，打磨制备样品的表面。建议用空气冷却以避免样品过热，但不能使用冷却液。

另一种方法是：样品可以重熔(4.4.5)来制备分析试样。将原始样品的全部截面破碎成碎片，取有代表性的一定量的样品重熔来制备分析试样。

所选用的重熔方法应该制备出急冷态白口组织的样品。要特别注意在 4.4.5 中提到的有部分损失的元素。

注 10：样品表面制备时，固定头研磨机优于摆动头研磨机。摆动头研磨机不能制备出平坦的分析试样表面。

注 11：对于从含有游离石墨的铸铁产品中取得的样品不适合于用诸如光电发射光谱分析方法或 X-射线荧光光谱分析方法进行高质量的分析。这时应该按 9.2.2 和 9.2.3 选用其他的分析方法。

## 10 钢产品

### 10.1 一般要求

从钢产品中选择制取原始样品或分析试样的方法和取样位置，应该根据 10.2 或 10.3 的方法之一由供需双方达成一致。

原始样品或分析试样可以按产品标准中规定的位置，从用于力学性能试验所选用的抽样产品中取得，或按照 GB/T 2975 规定进行，也可参见 4.3.2。

含铅钢(10.5)、测定氧(10.6)和氢(10.7)的钢产品的取样和制样要采取特别的措施。

## 10.2 从铸态产品中取得原始样品与分析试样

对于大型的铸态产品,从截面的外边和中心之间的中间部位的位置,沿平行于轴向钻取屑状分析试样。如果这种方法不可行,则从边上开始钻取,并收集从外边到中心的中间位置并具有代表性的屑状样品作为分析试样。

另一方法是:需要制备块状试样时,则在截面的一半或四分之一处用机械加工或用气割工具切割原始样品。

## 10.3 从压延产品中取得原始样品与分析试样

### 10.3.1 一般要求

对于轧制产品,应该在产品的一端沿轧制方向的垂直面上取得原始样品。

按 10.3.2 在产品的不同截面上制取块状或屑状分析试样。

### 10.3.2 型材

从抽样产品上切取原始样品,其形状为片状。

制备块状的分析试样,应按照分析方法需要的尺寸从原始样品上切取。

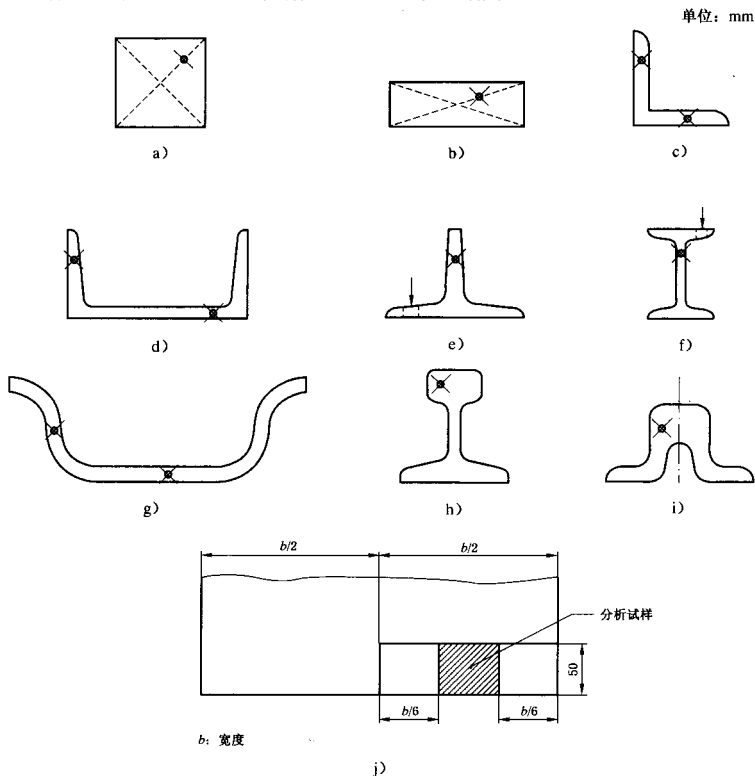


图 4 型钢的取样位置

制备屑状的分析试样,应在原始样品的整个横截面区域铣取。当样品不适合于铣取时,可用钻取,但对沸腾钢不推荐用钻取。最合适的钻取位置取决于截面的形状,如下所述。

- 对称形状型材,例如,方坯、圆坯和扁坯,在横截面上平行于纵向的轴线方向钻取,位置在边缘到中心的中间部位(见图 4a)、4b))。
- 复杂形状的型材,如角钢、T 型钢、槽钢和钢梁,按如图 4c)、4d)、4e)、4f) 和 4g) 所示位置钻取,钻孔周围至少留有 1 mm。
- 钢轨的取样是在轨头的边缘和中心线的中间位置钻一 20 mm~25 mm 的孔来制取屑状样品(见图 4h) 和 4i))。

在钻取端部或切取截面不合适情况下,可在垂直于主轴线的平面上钻取来制取屑状样品。

### 10.3.3 板材或板坯

在板材或板坯的中心线与外部边缘的中间位置,切取原始样品来制备合适尺寸的块状分析试样或屑状分析试样(在图 4j 所列示例中的原始样品宽度为 50 mm)。如果这种取样方法不合适时,可由供需双方商定能代表板材成分的取样位置进行取样。

### 10.3.4 轻型材、棒材、盘条、薄板、钢带和钢丝

当抽样产品的横截面积足够充分时,横向切取一片作原始样品,再按 10.3.2 制备分析试样。

当抽样产品的横截面积不够充分时,例如薄板、钢带、钢丝,通过将材料捆绑或折叠后切取适当长度,铣切全部折叠后的横截面来制备样品。

当薄板或钢带薄但有足够的宽度时,可在薄板或钢带的中心线和外部边缘之间的中央位置铣取全部折叠后的纵向或横向截面(例如如图 4j) 所示)来制备样品。

如果不知板材或带材的轧制方向,按直角的两个方向切取一定长度的样品,折叠后制取样品。

### 10.3.5 管材

按下列方法之一进行取样:

- 焊管在与焊缝成 90° 的位置取得原始样品;
- 横切管材,车铣横切面来制备屑状分析试样。当管材截面小时,铣切之前压扁管材;
- 在管材圆周的数个位置钻穿管壁,来制取屑状分析试样。

## 10.4 分析试样的制备

### 10.4.1 一般要求

钢产品的样品制备方法应该遵守 4.4 中规定的一般要求。特殊的要求如下所述。

### 10.4.2 屑状分析试样

机械加工出的屑状样品颗粒应该足够小,以避免或减小在制备分析试样时需要的再加工。对于非合金钢和低合金钢,屑状样品每块的质量约为 10 mg(每克 100 块),高合金钢则约为 2.5 mg(每克 400 块)。

进行分析时,当屑状样品不够细时可进行破碎。

机械加工时,应该用一种不至于产生太细颗粒的方法进行。含有颗粒小于约 50  $\mu\text{m}$  的分析试样(分析石墨碳、硫及其他受屑样粒度影响而产生偏析的元素时,则分析试样粒度应为 500  $\mu\text{m}$ ) 应该进行筛分,将粗细分离并确定每一粒度的比例,按比例称取一定量的每一粒度部分来制取有代表性的分析试样。

对于测定氮的分析试样,在机械加工的过程中,较细的颗粒有可能在空气中氮化而引起污染。用机械加工原始样品制备分析试样时,应该尽可能避免产生粒度小于约 50  $\mu\text{m}$  的颗粒,最好在氩气保护下进行。该屑状样品贮存在气密容器中。

对于测定碳的分析试样,当碳量很低时,例如无间隙钢,其屑状样品易受空气中存在的含碳物质或其他来源的碳的污染。屑状样品应该贮存在气密容器中,最好在惰性气氛中贮存。最好在测定前除去表面碳,例如通过测定前的预热,或者分别测定表面碳和内部碳,例如用解析信号法。另一种方法是选



择块状试料,例如冲制取的小棒样品。

#### 10.4.3 块状分析试样

对于象薄板或带钢这样的薄的产品,其热分析方法用的试料可从产品的边上一点一点地冲切下小片来制备。另一方法是冲切厚度为4 mm~6 mm的小棒样品。

对于厚度约1.5 mm或更薄的产品样品,当使用光电发射光谱分析方法时,有必要减小放电时产生的局部过热。例如将分析试样在侧边电气焊接小钢块或者将分析试样嵌入导热材料,如锡中,只暴露出一个表面。

#### 10.5 含铅钢的取样

在取样和制样的所有操作过程中,要注意减小粉尘的产生。

从抽样产品中用锯锯取得原始样品。

用低速铣削来制取屑状样品,要避免样品过热和产生粉尘。

物理分析方法用分析试样的表面制备用的设备应该封闭并装有除尘设备。

注意:含铅钢进行表面制备时产生的废弃物,以及除尘过滤系统中收集的粉尘,应该依照有关含铅废料的法规规定妥善处理。

#### 10.6 测定氧用分析试样的取样和制样

##### 10.6.1 一般要求

在取样和制样的各阶段要避免样品污染,并除去任何表面氧化物。

操作过程中要使用镊子,不允许手指接触试料。对于氧含量很低的样品,要在惰气保护下进行试料的机械加工。

##### 10.6.2 取样方法

按如下方法之一进行取样:

a) 用机械锯切取适当形状的原始样品。例如:小板或小圆盘形状样品。用手锯从这种样品上切取适合于分析的试料。

b) 从原始样品切取厚度为3 mm~4 mm的片状样品。先用60级的碳化硅砂纸打磨样品表面,然后用研磨机打磨,这种研磨机械是一种旋转的带齿的工具,其转速约30 000 r/min。

制备后的样品的表面应该平滑,有金属光泽且无缺陷。

使用直径为4 mm~6 mm冲头,从样品上冲取一合适的小棒样品来制取试料。冲取试料时,冲出的试料要正好落在一个充满氩气或氮气且备有密封盖的玻璃容器中。

c) 切取一块宽10 mm、长100 mm的矩形原始样品。用车床以约1 000 r/min的转速将样品车到直径约为7 mm,继续车并控制进刀量为每次约0.1 mm~0.15 mm,其转速调节在800 r/min~1 000 r/min,加工到样品直径为6 mm。制备后的样品表面应该平滑,有金属光泽且无缺陷。机械加工的最后阶段不应该使用冷却润滑剂。

使用手锯,从车制的样品来制备适合于分析用量的试料。

##### 10.6.3 试料的制备

对于10.6.2 b)的情形,如果试料和原始样品表面没有氧化,冲制加工后制取的试料(在玻璃瓶中贮存限定的时间内)可直接用于分析。对于10.6.2 a)和10.6.2 c)的情形,将试料置于不锈钢的固定装置或其他装置中固定试料,用细齿锉或圆锉打磨表面(见10.6.2 b))。

按照10.6.2 c)的方法制备出的试料,其柱状表面应该非常光滑,而不再需要锉平。但两个端面可以使用锉进行加工。将试料浸入丙酮中,并在空气中干燥或暴露在低真空中干燥后,立即进行分析。

试料制备与分析之间不应耽误时间。

#### 10.7 测定氮用分析试样的取样和制样

##### 10.7.1 一般要求

在进行样品的取样、贮存以及试料的制备过程中,所使用的方法应该尽量减小并控制样品中氮的迅

速扩散。样品应该无裂纹、无表面疏松、无湿气。试料的状态对分析测定的影响很大,不同的分析方法对于水份的存在的灵敏度不尽相同。

为了获得一致的高品质的分析结果,对各操作的详细步骤应该有严格规定。

在室温下,由于扩散而导致样品中氢的损失会很大,尤其是当样品很薄时。因此,在样品的取样、贮存及制备过程中的所有阶段,要保持原始样品、分析试样和试料在尽可能低的温度。分析试样应该贮存在冷冻剂中,较为合适的是用液态氮,或者使用丙酮与二氧化碳干冰混合膏剂。

在试料制备的过程中,以及对样品进行切割时,样品和试料应保持冷却状态。在所有机械加工操作过程中,使用大量流动的冷却液体,或者反复每加工一次冷却一下样品或试料。或同时使用这两种冷却方法。冷却可以是浸入冰水中或冷却剂中。大型截面的样品应该包上二氧化碳干冰以保温。在机械加工时,粗坯应该放回冷却剂中贮存。

在冷却后,在试料表面存在的任何湿气都应该除去。试料应该浸入丙酮中,然后通过暴露在低真空中几秒钟来进行干燥。

冷却或贮存不当的样品应该弃去。

试料表面制备,需要进行打磨时,在满足除去表面氧化物或表面缺陷要求的前提下,应该尽可能少打磨。制备后的试料应该立即进行分析。

#### 10.7.2 取样方法

根据样品或产品的几何形状,使用适当的机械加工工具来制备原始样品,如可使用车、铣、锯、切和套料加工等方法。

从铸态产品或锻件上制取分析试样时,应该在中心部位取,此处的氢较为密集。

从长锻件上取样时,应该先用锯或切割砂轮在产品的中心线到边缘的中央位置,且在距截面端点至少一半处切取原始样品。再从原始样品上切取一块适合于用车床加工样品来制备分析试样。

分析试样应贮存在冷冻剂中。

#### 10.7.3 试料的制备

从分析试样上用尽可能减小样品过热的方式切取合适质量的样品来制备试料,并经常冷却样品。

用锉、喷砂或轻磨的方法制备试料表面。如果用锉,则应使用细齿锉用手进行加工。如果用喷砂,则应该有专门的防护措施以避免砂子污染试料。如果用打磨,则应该反复冷却试料。

试料浸入丙酮中除油,在低真空中暴露数秒钟进行干燥后,立即进行分析。另一种方法是将分析用试料浸入二丙醇(异丙醇)中,然后用乙醚干燥。

**附 录 A**  
(资料性附录)  
**铁水和钢水用取样管**

**A.1 一般要求**

用于铁水和钢水取样的一次性取样管包括由压制钢、陶瓷材料或硅管制成的小模腔,且这些材料固定了保护用的厚壁管。

A.2~A.4 中图 A.1~图 A.6 描述了不同系列型号取样管的主要特征。

在本附录中仅提供了其尺寸大小。

**A.2 浸入式取样管**

**A.2.1** 将浸入式取样管插入熔体有二种方式:一是人工方法,二是用适合于保护管的钢制枪或直接与取样管相配的机械方法。浸入的时间长短取决于取样管的形状和取样条件,特别是熔体的温度,通常为 3 s~8 s。

枪的结构要设计成方便模腔中的空气以及保护纸管燃烧时产生的气体容易外逸。用操纵手柄控制枪的浸入和取回。

当从中间包或二次精炼包中取样时,可以使用枪的升降机械系统。

许多型号的取样管在靠近样品腔的硅管里安装有热电偶以测量温度。可用于底吹氧转炉副氧枪的温度测量,在副氧枪安装有温度测量传感器,配合模具使用,以获得实验室分析用样品。

**A.2.2** 通过铁水(钢水)静态压力使铁水(钢水)充满样品腔,这种取样管的钢分模由耐火材料包住的保护纸管所保护。模子的底部有一硅管入口,并带有一小的钢保护帽,以防止炉渣和其他杂物进入。保护纸管长度为 200 mm~1 500 mm 不等,或者更长,可以部分地涂上耐火材料,以尽量减少浸入时产生的飞溅。

这种型号的取样管主要用于炉子或铁水罐中的铁水的取样。在图 A.1 中列出了两种不同的示例。

**A.2.3** 通过铁水(钢水)静压使铁水(钢水)充满样品腔从而进行取样,这种取样管在外形上有下列三种主要不同型号。

- a) 图 A.2 a) 所示的盘状-小棒状管式样品,盘状样品部分用于进行物理分析方法,如果需要进行热分析时,则小棒状样品部分用于进行热分析方法。盘状样品可以是椭圆形、圆形或其他类似的形状。
- b) 盘状与小棒状管式样品,并在盘状样品部分带有数个小块样品,这些小块样品质量为 0.5 g 或 1 g,且容易与盘状样品部分分离,如果需要,小块样品可作为热分析方法用试料。
- c) 图 A.2 b) 所示的双厚度盘状管式样品,薄的部分用于冲压成直径为 4 mm~6 mm 的小块样品,作为热分析方法用试料。厚的部分用于进行物理分析方法。当管式样品的洛氏硬度值大于约 25HRC 时,在冲压前需要进行热处理。

**A.2.4** 图 A.3 所示型号的取样管,它是由于重力的作用使铁水(钢水)充满样品腔,它由二片或四片圆柱形钢模组成,钢模外有耐火材料层和保护纸管。

模子侧面有一入口,可以防止炉渣进入。安装有耐火材料衬套,以尽量减少浸入时产生的飞溅。组件和保护纸管的总长度为 400 mm~800 mm。浸入时间通常为 2 s 或 3 s。

当使用这种型号的取样管所取得的盘状-小棒状样品有可能出现分析结果不满意的情形。这种取样习惯用于对铁水罐中铁水或钢水的取样,以及对铸模或连铸中间包中钢水的取样。这种样品一般直径为 30 mm、长度为 70 mm。

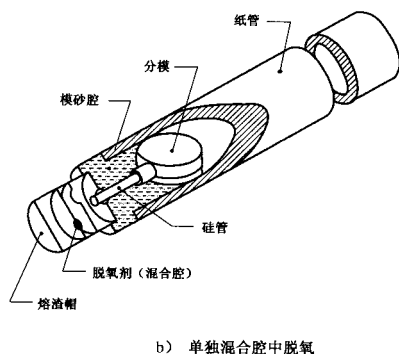
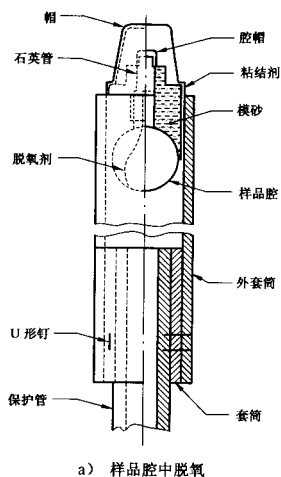


图 A.1 铁水静压浸入式取样管示例

单位: mm

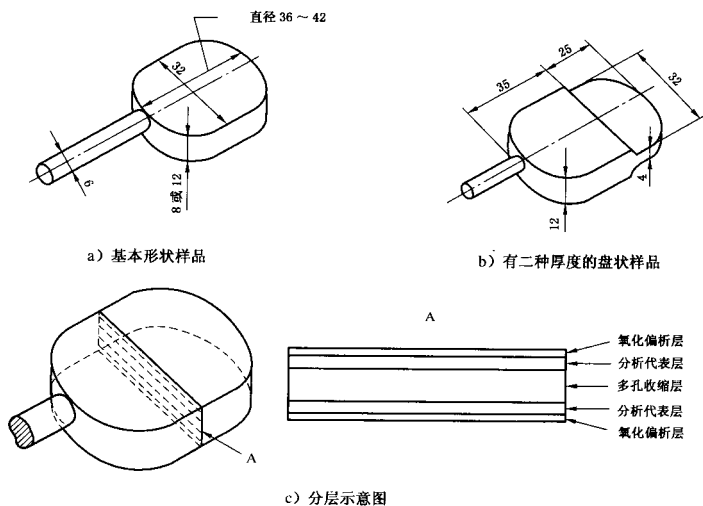


图 A.2 盘状-小棒状样品示例

A.2.5 从高炉出铁沟、铁水罐和中间包中的铁水(钢水)取样时则使用特殊的取样管。这种取样管安装有不同厚度的冷却板,以确保铁水(钢水)样品能快速冷却。下面 a) 和 b) 是两种不同型号的取样管:

- a) 通过铁水(钢水)静态压力来取样的各种取样管(A.2.2)是基于厚壁、钢分模或钢冷却板,所取得的样品为盘状-小棒状样品,并在盘上附带有一定数量的小块样品。

这种型号的取样管示意图见图 A.4。这种样品的盘状部分的厚度为 8 mm~12 mm,小棒状部分的直径一般为 4 mm。浸入时间由于其应用的不同从 5s~9s 不等。

- b) 在对流动性好的液态熔体取样时,这种取样管消除了铁水(钢水)流出的危险。边上入口的模子有一个或多个钢冷却板,且用砂子包围并安装有保护纸管。

这种取样管可以带有一个独立的或相连的小棒状模子。样品的直径一般为 35 mm,厚度根据金相组织的要求在 4 mm~12 mm 不等。物理分析用的小棒状样品的直径为 6 mm 长度为 45 mm。

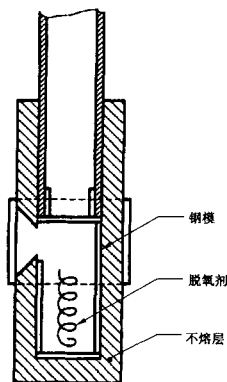


图 A.3 靠重力作用进行取样的浸入式取样管示例

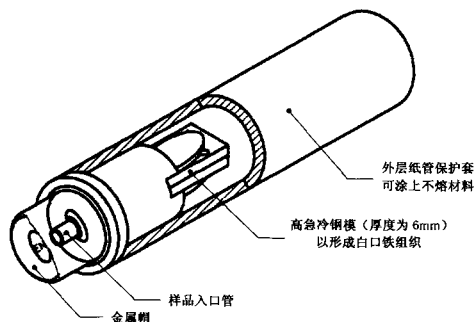


图 A.4 高炉铁水取样用浸入式取样管示例

A.2.6 对真空感应电炉钢水的取样,使用特殊设计的取样管。

例如,用耐火材料制成的管子保护的取样机械安装在炉子的进料系统,用钢丝绳悬挂,以便利用重

力能垂直进入熔体。样品为圆柱形,其直径为 35 mm。

A.2.7 在氧气顶吹转炼钢过程中,副氧枪上装配的测量传感器可以包括一个从液态钢水中取样的模子。模子型号在 A.2.2 中描述,可以在副氧枪吹氧(吹氧操作)的情况下和未吹氧(吹氧操作结束)的情况下使用。在吹氧操作的情况下,可以使用不同设计的模子取样,模子横截面积为长方形,其尺寸为 40 mm×30 mm,厚度为 20 mm。

图 A.5 是一种较为典型的装配,包括有:测量液相线变相点、温度、氧气量的测量传感器,并包括一个有侧开口的长方形模子,用于在测量过程中进行取样。

### A.3 流体取样用取样管

图 A.6a)所示的取样管包括一钢分模,它上面带有一个外暴露的硅管入口,并由长度为 100 mm~225 mm 的保护纸管套住。此种样品为盘状-小棒状样品。

对于铁水(钢水)的取样可以使用不同设计要求的样模。

流体取样用的取样管的枪应保证取样管与金属流体方向成 45°角,有的可以提供支撑样枪的装置。取样的时间一般为 2 s。

这种型号的取样管适应于中间包液态铁和钢流体的取样。

### A.4 吸入式取样用取样管

图 A.6b)所示的取样管包括一钢分模,由长度约为 125 mm 的保护纸管套住,模子上带有一个外暴露的硅管入口,硅管上有一个保护帽以防止炉渣和浇注粉剂进入。通过手工泵或空气压缩泵将模子里的空气排空,并形成部分真空。取样时间一般为 2s。

这种型号的取样管适用于小型炉、铸模、连铸结晶器和中间包中的钢水的取样。此种样品为盘状-小棒状样品。

### A.5 取样管的脱氧系统

取样管中钢水用脱氧剂进行脱氧,一般是将金属丝或球化剂插入到取样管中进行,用这种方法脱氧时钢水比较均匀。下面例出了几种不同的脱氧方法:

- 脱氧剂置于样品腔中,如图 A.1a)和图 A.3;
- 脱氧剂置于样品腔的入口处;
- 脱氧剂置于一单独的腔中,在钢水进入样品腔之前,脱氧剂与钢水在此充分混合;如图 A.1b),有的取样管还有一个用来混合用的腔。

一般根据熔体的品种以及分析方面的要求,来选择使用铝、锆或钛作脱氧剂。

### A.6 样品品质

A.6.1 如图 A.2c)的盘状样品除了表面存在缺陷和表面氧化外,表面层还可能存在偏析,中间部分可能出现多孔和收缩,或者存在其他热影响效应。用物理分析方法进行分析时,在制备样品表面过程中有必要采取措施保证金属表面层能代表样品的化学成分。

从钢水中取得的盘状样品的表面一般要去掉 1 mm~2 mm 的一层,以使其样品表面部分适合于所选择的物理分析方法。

A.6.2 从铁水中取得的急冷样品的表面所去掉部分的总量取决于不同厚度的盘状样品的金相组织。根据分析方法的要求,所选用的取样管型号以及样品的制备方法应能制备出白口铁或灰口铁的表面组织。

从铁水中取得的盘状样品,通常有必要从其表面去掉厚度约为 0.5 mm~1 mm 的一层。

A.6.3 在常规操作中,取样管要进行定期检查,以保证制备的样品适合于分析方法的要求。

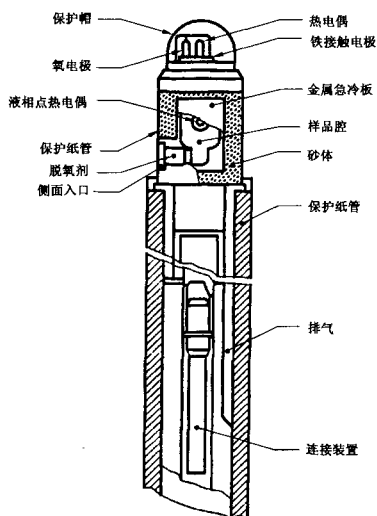


图 A.5 与副氧枪取样管配套样品腔示例

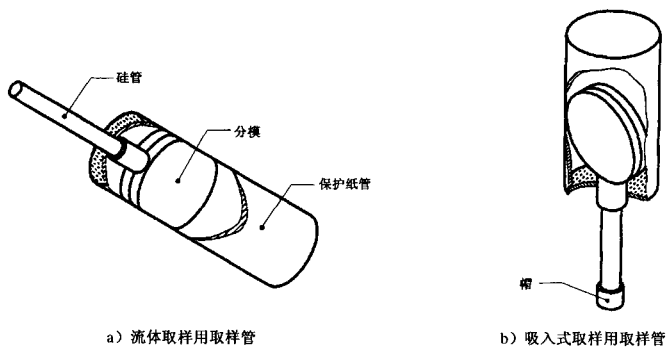


图 A.6 流体取样用与吸入式取样用取样管示例

**附录 B**  
**(资料性附录)**  
**测定钢水中氢用取样管**

**B.1 一般要求**

测定钢水中氢的取样用取样管通常包括有压制钢钢模以及在厚的保护纸管上安装有硅管。

将取样管取得的样品设计为细棒状或铅笔状,其直径为 7 mm~12 mm,长度为 75 mm~150 mm,它适用于从钢包、锭模以及连铸中间包和连铸结晶器中钢水的取样。

在 B.2 和 B.3 以及图 B.1 的示例中列出了几种主要型号的取样管。

本附录仅给出了其尺寸的示意图。

**B.2 浸入式取样管**

下面是两种不同型号的浸入式取样管:

- a) 图 B.1a)所示的取样管包括有一内径为 7 mm~9 mm 的硅管,并置于保护纸管中。在管的顶部是敞开着,底部用铝泊封住以阻止杂质进入。根据实际应用,保护纸管长度为 250 mm~400 mm,包括有耐火材料涂层。

此种型号的取样管适应于温度接近钢的液态点的钢水的取样。

- b) 图 B.1b)所示的取样管包括有一内径为 10 mm~12 mm 外露的硅管,并置于保护纸管中。在管的顶部是敞开着,或者用铝泊封住。在管的侧面入口处也用铝泊封住。其中可以放置铝线作为脱氧剂,其质量一般为 0.1 g。

这种型号的取样管广泛用于从钢水中进行取样。

**B.3 吸入式取样管**

下面是两种不同型号的吸入式取样管:

- a) 图 B.1c)所示的真空取样管包括有一钢外套和一由高纯铁制成的内径为 4 mm 的样品腔。取样管上安装有保护纸管、隔热材料保护套以及可能的保护渣帽。

取样管浸入到熔体中,保护渣帽被熔化,钢水被吸入到真空样品腔中,由于金属的凝固而封住取样管。样品中的氢扩散后,并收集到外面的真空样品腔中,插入特殊设计的分析装置到取样管中进行测定,然后戳穿。

残留在样品中的氢可在样品随同样品腔取下后,单独进行测定。

图 B.1c)所示型号的取样管包括一个派列克斯硬质玻璃真空管[ $<1.33 \text{ Pa}(10^{-2} \text{ torr})$ ]。这种型号的取样管的优点是直到样品填满之前可避免出现污染。

- b) 图 B.1d)所示型号的取样管包括有一压制钢分模,其内径为 7 mm~9 mm,长度为 75 mm,并带有硅管入口。用套环将模子固定在保护纸管上。用压缩空气真空泵抽成部分真空将样模中的空气排除掉。



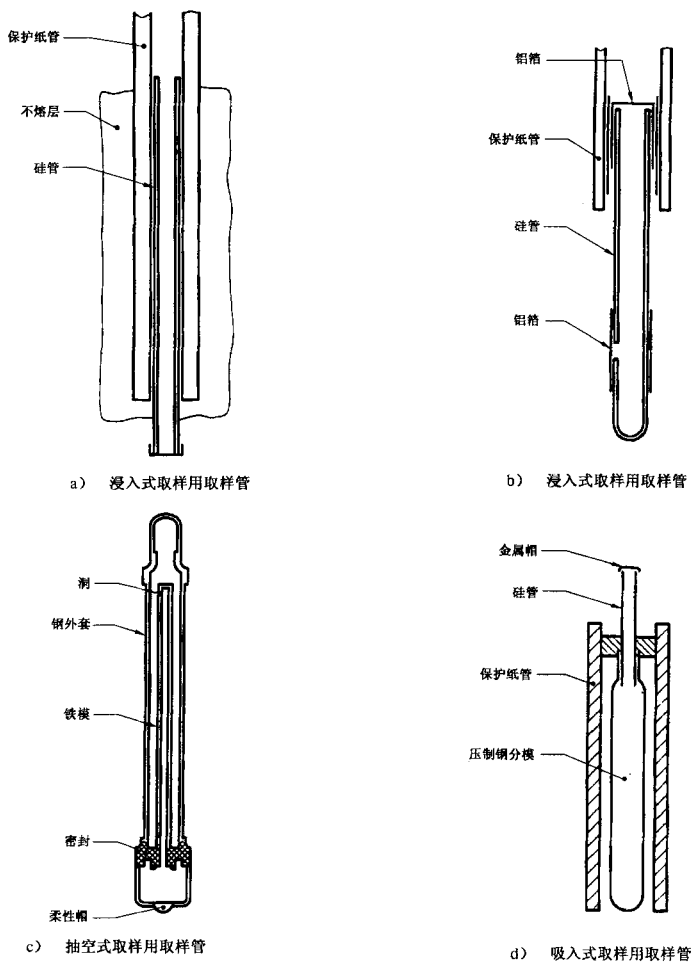


图 B.1 钢水中氢的测定用取样管示例