

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 8247 - 1 : 2009

ISO 4552 - 1 : 1987

Xuất bản lần 1

**HỢP KIM FERRO – LẤY MẪU VÀ
CHUẨN BỊ MẪU CHO PHÂN TÍCH HOÁ HỌC –
PHẦN 1: FEROCROM, FEROSILICOCROM, FEROSILIC,
FEROMANGAN, FEROSILICOMANGAN**

*Ferrous alloys – Sampling and sample preparation for chemical analysis –
Part 1: Ferrochromium, ferrosilicochromium, ferrosilicon,
ferrosilicmanganese, ferromanganese*

HÀ NỘI – 2009

Lời nói đầu

TCVN 8247 -1 : 2009 thay thế TCVN 3868 : 1983 và TCVN 4149 : 1985.

TCVN 8247 -1 : 2009 hoàn toàn tương đương ISO 4552 - 1 : 1987.

TCVN 8247 -1 : 2009 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC 132 *Fero* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Bộ TCVN 8247 (ISO 4552) *Hợp kim Ferro - Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu cho phân tích hoá học* bao gồm 2 phần:

- TCVN 8247 -1 : 2009 (ISO 4552-1:1987), Phần 1: *Ferocrom, ferosilicocrom, ferosilic, feromangan, ferosilicomangan;*
- TCVN 8247 -2 : 2009 (ISO 4552-2:1987), Phần 2: *Ferotitan, feromolipden, ferovonfram, feroniobi, ferovanadi.*

Hợp kim fero – Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu cho phân tích hoá học – Phần 1: Ferrocrom, ferrosilicocrom, ferrosilic, ferromangan, ferrosilicomangan

*Ferrous alloys – Sampling and sample preparation for chemical analysis –
Part 1: Ferrochromium, ferrosilicochromium, ferrosilicon, ferrosilicomanganese,
ferromanganese*

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định các phương pháp lấy mẫu và chuẩn bị mẫu thử để xác định thành phần hoá học của các lô vật liệu ferrocrom, ferrosilicocrom, ferrosilic, ferrosilicomangan hoặc ferromangan.

CHÚ THÍCH: Để lấy mẫu, ferrocrom được phân chia thành hợp kim không được nghiền và hợp kim được nghiền. Các hợp kim ferrocrom cacbon thấp và một số hợp kim ferrocrom cacbon trung bình là các hợp kim không được nghiền. Các hợp kim ferrocrom cacbon trung bình và cacbon cao là các hợp kim được nghiền.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi, bổ sung (nếu có).

ISO 3713, *Ferrous alloys – Sampling and sample preparation – General rules* (Hợp kim fero – Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu – Quy tắc chung).

3 Yêu cầu chung

3.1 Định nghĩa, yêu cầu chung cho lấy mẫu và chuẩn bị mẫu thử, dụng cụ và thiết bị

Xem ISO 3713.

3.2 Đặc tính chất lượng đối với các yêu cầu về độ chính xác

Độ chính xác tổng của việc xác định thành phần hoá học của một lô vật liệu β_{SDM} , độ chính xác lấy mẫu β_s , độ chính xác chuẩn bị mẫu β_b và độ chính xác của phương pháp phân tích β_M ở mức độ tin cậy 95 % phải được quy định theo đặc tính chất lượng được cho trong Bảng 1.

Bảng 1 – Đặc tính chất lượng đối với các yêu cầu về độ chính xác

Hợp kim ferro	Đặc tính chất lượng, % (theo khối lượng)
Ferocrom	Hàm lượng crom
Ferosilicocrom	Hàm lượng crom và silic
Ferosilic	Hàm lượng silic
Ferosilicomangan	Hàm lượng silic và mangan
Ferromangan	Hàm lượng mangan

4 Độ chính xác tổng của việc xác định thành phần hoá học của một lô vật liệu

Các phương pháp lấy mẫu và chuẩn bị mẫu quy định trong tiêu chuẩn này cho phép xác định thành phần hoá học của một lô vật liệu ở mức tin cậy 95 % với độ chính xác tổng cho trong Bảng 2 phụ thuộc vào khối lượng của lô vật liệu.

Bảng 2 – Độ chính xác tổng của việc xác định thành phần hoá học của lô vật liệu

Khối lượng lô vật liệu, tấn		Độ chính xác tổng, β_{SDM} , % (theo khối lượng)							
Trên	Đến và bằng	FeCr không được nghiền	FeCr được nghiền	FeSiCr		FeSi	FeSiMn		FeMn
		Cr		Si		Mn			
5 000	10 000	0,68	0,53	0,54	0,56	0,74	0,43	0,44	0,43
2 500	5 000	0,69	0,53	0,56	0,56	0,75	0,43	0,45	0,44
1 000	2 500	0,69	0,54	0,56	0,57	0,75	0,44	0,46	0,44
500	1 000	0,70	0,55	0,57	0,57	0,76	0,44	0,47	0,46
250	500	0,70	0,56	0,59	0,59	0,77	0,45	0,48	0,46
100	250	0,71	0,57	0,60	0,60	0,78	0,46	0,49	0,48
50	100	0,73	0,59	0,61	0,61	0,79	0,48	0,50	0,49
25	50	0,75	0,61	0,64	0,64	0,81	0,50	0,53	0,51
10	25	0,78	0,68	0,76	0,72	0,88	0,55	0,59	0,57
5	10	0,82	0,72	0,78	0,78	0,93	0,58	0,64	0,61
	5	0,87	0,79	0,79	0,86	0,99	0,64	0,71	0,67

5 Lấy mẫu

5.1 Khối lượng mẫu thử

5.1.1 Khối lượng tối thiểu của một mẫu thử là một hàm số của kích thước danh nghĩa lớn nhất của vật liệu trong lô vật liệu phải tương ứng với các giá trị cho trong Bảng 3.

Bảng 3 – Khối lượng của mẫu thử

Kích thước danh nghĩa lớn nhất của vật liệu, mm	Khối lượng tối thiểu của mẫu thử, kg				
	FeCr nghiền	FeSiCr	FeSi	FeSiMn	FeMn
100 và lớn hơn	8,0	5,0	8,0	8,0	8,0
75	–	–	4,0	–	–
50	4,0	3,0	–	4,0	4,0
35	–	–	1,5	–	–
25	1,5	1,0	1,0	1,5	1,5
10 và nhỏ hơn	1,0	0,5	0,5	1,0	1,0

5.1.2 Đối với ferocrom không được nghiền, khối lượng tối thiểu của một mẫu thử được lấy từ mỗi cục vật liệu ở dạng phoi khoan có chiều dày 0,1 mm đến 0,2 mm không được nhỏ hơn 20 g.

5.2 Số lượng mẫu thử và độ chính xác lấy mẫu

5.2.1 Số lượng mẫu thử tối thiểu cần thiết để đạt được độ chính xác lấy mẫu theo kế hoạch là một hàm số của khối lượng một lô vật liệu, phải tương ứng với các giá trị cho trong Bảng 4.

CHÚ THÍCH:

1. Có thể chấp nhận các thông số lấy mẫu khác theo thỏa thuận giữa nhà cung cấp và khách hàng. Trong trường hợp này, số lượng mẫu thử tối thiểu được tính theo công thức:

$$n = \left(\frac{2\sigma_i}{\beta_s} \right)^2$$

2. Nếu kích thước hạt lớn nhất trong một lô vật liệu là 100 mm và lớn hơn, nên lấy mẫu thử theo ISO 3713.

Bảng 4 – Số lượng mẫu thử tối thiểu và độ chính xác lấy mẫu

Khối lượng lô vật liệu, tấn		Số lượng mẫu thử tối thiểu	Độ chính xác lấy mẫu, β_s % (theo khối lượng)						
Trên	Đến và bằng		FeCr nghiền	FeSiCr	FeSi	FeSiMn	FeMn		
			Cr	Si	Mn				
5 000	10 000	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

5.2.2 Đối với ferocrom không nghiền được, số lượng tối thiểu của các cục cần thiết để đạt được độ chính xác lấy mẫu theo kế hoạch như là một hàm số của khối lượng một lô vật liệu, phải tương ứng với các giá trị cho trong Bảng 5.

Bảng 5 – Số lượng tối thiểu của các cục và độ chính xác lấy mẫu đối với ferocrom không được nghiền

Khối lượng lô vật liệu, tấn		Số lượng tối thiểu của các cục (tảng)	Độ chính xác lấy mẫu β_s % (theo khối lượng) Cr
Trên	Đến và bằng		
5 000	10 000	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
25	50	16	0,40
10	25	12	0,46
5	10	9	0,53
	5	7	0,60

5.3 Phương pháp lấy mẫu thử

5.3.1 Khi lấy mẫu đối với một lô vật liệu không được bao gói, các phương pháp lấy mẫu thử và khoảng cách giữa các vị trí lấy mẫu thử phải tuân theo các yêu cầu của ISO 3713.

5.3.2 Khi lấy mẫu đối với một lô vật liệu được bao gói, phải lấy các mẫu thử trong một hoặc hai tầng (lớp).

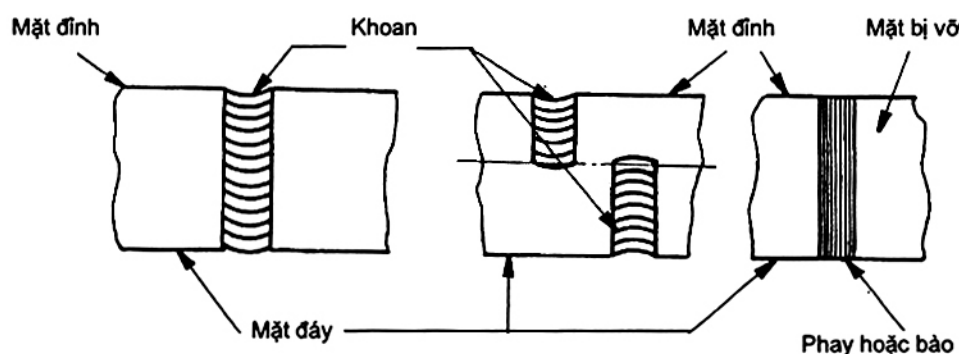
Khi lấy mẫu trong một tầng, số lượng các đơn vị bao gói được lấy phải tương đương với số lượng các mẫu thử hoặc các cục được cho trong các Bảng 4 và Bảng 5. Phải lấy một mẫu thử từ mỗi đơn vị bao gói được lấy mẫu. Khi lấy mẫu trong hai tầng, số lượng các đơn vị bao gói được lấy ở tầng thứ nhất và số lượng các mẫu thử được lấy từ mỗi đơn vị bao gói phải được tính từ công thức (8) trong ISO 3713. Phải lựa chọn M_p và n_s sao cho β_s không vượt quá các giá trị cho trong các Bảng 4 và Bảng 5 đối với các khối lượng tương ứng của các lô vật liệu.

Các phương pháp lựa chọn các đơn vị bao gói và lựa chọn các mẫu thử từ các đơn vị bao gói này phải tuân theo các yêu cầu của ISO 3713.

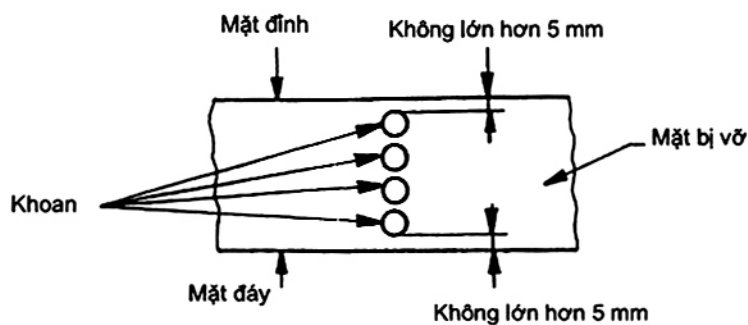
5.3.3 Đối với ferocrom không được nghiền, các phương pháp lấy mẫu các cục vật liệu phải tương tự như các phương pháp lấy mẫu các mẫu thử đối với cả lô vật liệu được bao gói và không được bao gói (xem 5.3.1).

5.3.4 Phải thu được các mẫu thử từ các cục ferocrom không được nghiền bằng một trong các phương pháp sau:

- Nếu các mặt đỉnh và đáy của một cục vật liệu dễ nhận ra được thì phải lấy một mẫu thử ở dạng phoi khoan bằng cách phay, bào hoặc khoan qua toàn bộ chiều dày cục vật liệu từ mặt đỉnh đến mặt đáy như đã nêu trình Hình 1;
- Nếu mặt đỉnh và mặt đáy của một cục vật liệu dễ nhận ra được và chiều dày cục vật liệu quá lớn khiến cho khó lấy một mẫu thử theo phương pháp a) thì có thể tiến hành khoan vuông góc với bề mặt vỡ ra tại bốn điểm cách đều nhau. Khoảng cách giữa các lỗ bên ngoài và các bề mặt đỉnh và đáy của cục vật liệu không được lớn hơn 5 mm như đã nêu trên Hình 2. Phải chú ý cẩn thận để thu được các phoi khoan có khối lượng đồng đều.



Hình 1 – Quy trình lấy mẫu thử từ một cục ferocrom không được nghiền



Hình 2 – Quy trình lấy mẫu thử từ một cục ferocrom không được nghiền bằng cách khoan vuông góc với bề mặt bị vỡ

TCVN 8247-1 : 2009

c) Nếu khó nhận biết mặt đỉnh và mặt đáy của một cục vật liệu thì phải tiến hành lấy mẫu thử trên toàn bộ mặt cắt ngang của cục được chọn ngẫu nhiên bằng cách phay hoặc bào phải thực hiện nguyên công khoan tại các điểm được lựa chọn ngẫu nhiên.

5.4 Mẫu tổng

Các mẫu thử được lấy từ một lô vật liệu phải được kết hợp lại trong một mẫu tổng phù hợp với ISO 3713.

6 Chuẩn bị mẫu

6.1 Độ chính xác chuẩn bị mẫu

Các phương pháp chuẩn bị mẫu quy định trong tiêu chuẩn này đạt được độ chính xác chuẩn bị mẫu, ở mức độ tin cậy 95 % được cho trong Bảng 6.

Bảng 6 – Độ chính xác chuẩn bị mẫu

Hợp kim ferro	Độ chính xác chuẩn bị mẫu $\pm \beta_D$, % (theo khối lượng)		
	Cr	Si	Mn
Ferocrom			
– nghiền	0,4		
– không nghiền	0,6		
Ferosilicocrom	0,4	0,4	
Ferosilic		0,6	
Ferosilicomagan		0,3	0,3
Feromangan			0,3

6.2 Sự phân chia mẫu

6.2.1 Các phương pháp phân chia mẫu phải tuân theo các yêu cầu của ISO 3713.

6.2.2 Một mẫu phải được nghiền thành hạt để có thể đi qua được sàng có cỡ lỗ sàng 10 mm x 10 mm. Sau đó một mẫu tổng hoặc một mẫu con phải được phân chia phù hợp với Bảng 7 và các mẫu thử, nếu cần thiết phải được phân chia theo các quy tắc phân chia của phương pháp phân chia mẫu thử quy định trong ISO 3713.

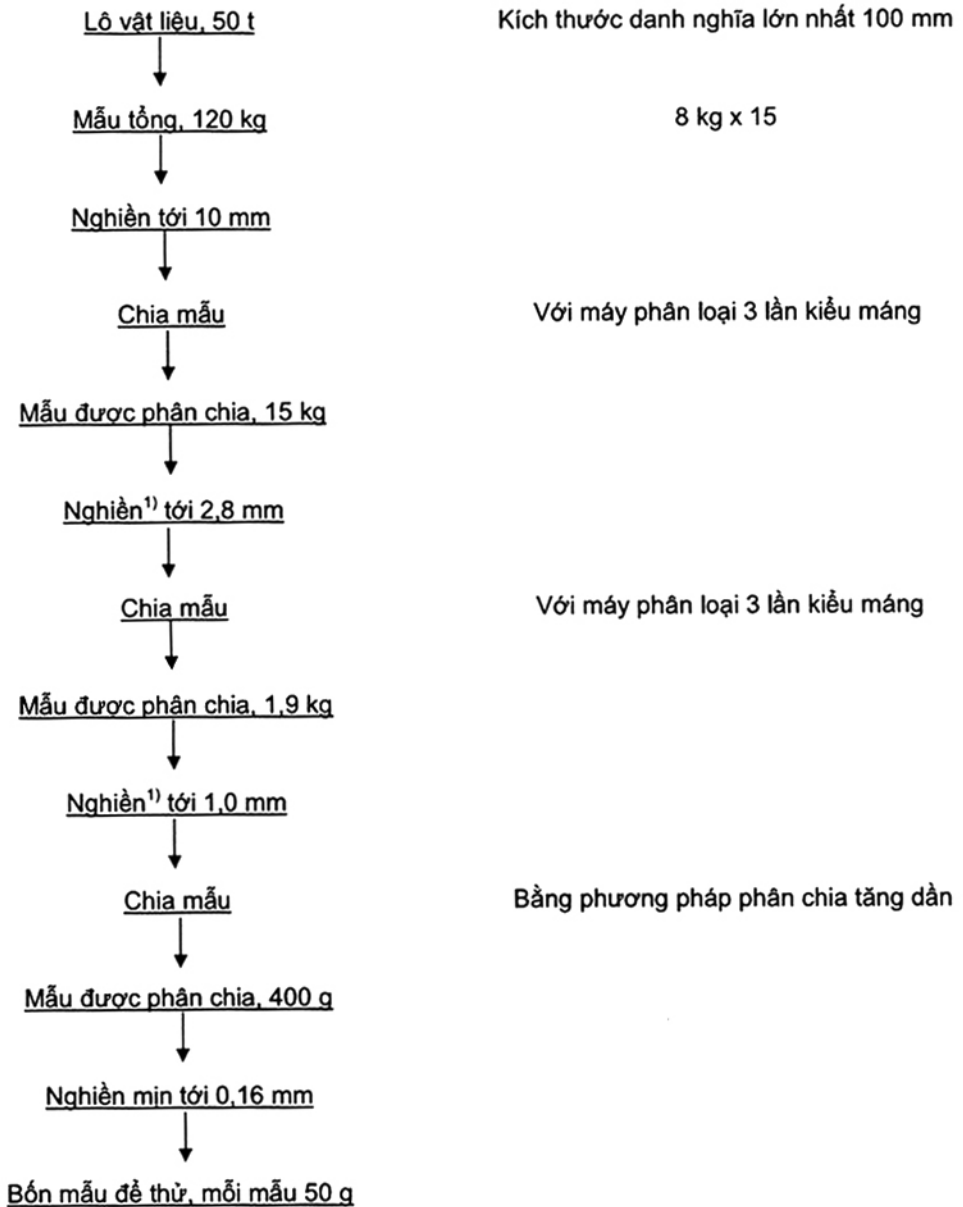
Một ví dụ về sự phân chia mẫu tổng được nêu trên Hình 3.

Bảng 7 – Quy tắc phân chia một mẫu tổng hoặc một mẫu con

Kích thước lớn nhất của vật liệu trong mẫu được phân chia, mm	Khối lượng tối thiểu của mẫu được phân chia, kg
10,0	15,0
5,0	3,0
2,8	1,5
1,0	0,400
0,250	0,200

6.3 Nghiền và trộn

Các phương pháp nghiền và trộn phải tuân theo các yêu cầu của ISO 3713.



Hình 3 – Sơ đồ chuẩn bị mẫu ferosilic (ví dụ)

¹⁾ Một trong các giai đoạn có thể được bỏ qua.

7 Mẫu thử

7.1 Khối lượng của một mẫu để thử phân tích hoá học không được nhỏ hơn 50 g. Kích thước lớn nhất của vật liệu trong một mẫu thử để thử không được lớn hơn 160 μm . Kích thước lớn nhất của vật liệu trong mẫu ferocrom không được nghiền, được lấy dưới dạng các phoi khoan không được vượt quá 1,6 mm.

7.2 Số lượng các mẫu để thử, bao gói và ghi nhãn các mẫu này phải tuân theo các yêu cầu của ISO 3713.

Phụ lục A

(Quy định)

Dữ liệu ban đầu để tính các thông số lấy mẫu**A.1 Số lượng các mẫu thử được lấy từ một lô vật liệu**

Xem các Bảng 4 và Bảng 5.

A.1.1 Công thức để tính số lượng các mẫu thử

Số lượng các mẫu thử được lấy từ một lô vật liệu được tính theo công thức (6) trong ISO 3713.

Hệ số hiệu chỉnh $\frac{N-n}{N-1}$ được lấy bằng 1.

A.1.2 Độ không đồng nhất của một lô vật liệu (sai lệch chuẩn giữa các mẫu thử, σ_i)

Sai lệch chuẩn giữa các mẫu thử σ_i được xác định bằng thực nghiệm đối với các lô vật liệu được cấu thành bởi phương pháp phân loại lô. Các giá trị σ_i được cho trong Bảng A.1 và tương đương với các phạm vi của đặc tính chất lượng được quy định trong các tiêu chuẩn quốc tế về các điều kiện kỹ thuật cho cung cấp các hợp kim fero (xem Thư mục tài liệu tham khảo).

Bảng A.1 – Các giá trị của độ không đồng nhất đối với lô vật liệu

Hợp kim fero	Sai lệch chuẩn giữa các mẫu thử, σ_i , % (theo khối lượng)		
	Cr	Si	Mn
Ferocrom	0,8		
Ferosilicocrom	0,8	0,9	
Ferosilic		0,9	
Ferosilicomagan		0,65	0,75
Feromangan			0,70

A.1.3 Độ chính xác lấy mẫu, β_s

Độ chính xác lấy mẫu được thừa nhận là $\pm 0,25$ % đối với các lô vật liệu có khối lượng 10 000 t, đến $\pm 0,7$ % đối với các lô vật liệu có khối lượng 5 t.

Đối với các lô vật liệu có khối lượng trung gian, các giá trị β_s được xác định bằng ngoại suy.

A.2 Độ chính xác tổng của việc xác định thành phần hoá học của một lô vật liệu β_{SDM}

A.2.1 Đối với phép đo đơn, độ chính xác tổng thể của việc xác định thành phần hoá học của một lô vật liệu được tính theo công thức (1) trong ISO 3713.

A.2.2 Độ không đồng nhất của lô vật liệu, σ_1 và số lượng các mẫu thử n

Xem Điều A.1.

A.2.3 Sai lệch chuẩn của chuẩn bị mẫu, σ_D

Các giá trị σ_D được xác định bằng thực nghiệm và được cho trong Bảng A.2.

Bảng A.2 – Sai lệch chuẩn của chuẩn bị mẫu

Hợp kim fero	Sai lệch chuẩn của chuẩn bị mẫu, σ_D % (theo khối lượng)		
	Cr	Si	Mn
Ferocrom <u>nghiền</u>	0,2		
không nghiền	0,3		
Ferosilicocrom	0,2	0,2	
Ferosilic		0,3	
Ferosilicomangan		0,15	0,15
Feromangan			0,15

A.2.4 Sai lệch chuẩn của phương pháp phân tích, σ_M

Các giá trị σ_M đối với phép đo đơn đã được lấy từ các tiêu chuẩn tương ứng về các phương pháp phân tích các hợp kim fero và được cho trong Bảng A.2.

Bảng A.3 – Sai lệch chuẩn của phân tích

Số hiệu tiêu chuẩn	Sai lệch chuẩn của phương pháp phân tích				
	FeCr	FeSiCr	FeSi	FeSiMn	FeMn
	Cr		Si		Mn
TCVN 3854 (ISO 4140)	0,1	0,1			
TCVN 4150 (ISO 4158)			0,1	0,15	0,1
TCVN 3869 (ISO 4159)					0,1
					0,1

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] TCVN 5015 (ISO 5448), *Ferrocrom – Đặc tính kỹ thuật và điều kiện cung cấp.*
 - [2] ISO 5445, *Ferrosilicon – Specifications and conditions of delivery (Ferosilic – Đặc tính kỹ thuật và điều kiện cung cấp).*
 - [3] ISO 5446, *Ferromanganese – Specifications and conditions of delivery (Feromangan – Đặc tính kỹ thuật và điều kiện cung cấp).*
 - [4] ISO 5447, *Ferrosilicomanganese – Specifications and conditions of delivery (Ferosilicomangan – Đặc tính kỹ thuật và điều kiện cung cấp).*
 - [5] ISO 5449, *Ferrosilicochromium – Specifications and conditions of delivery (Ferosilicocrom – Đặc tính kỹ thuật và điều kiện cung cấp).*
 - [6] ISO 7087, *Ferroalloys – Experimental methods for the evaluation of the quality variation and methods for checking the precision of sampling (Hợp kim fero – Phương pháp thực nghiệm để đánh giá sự thay đổi chất lượng và phương pháp kiểm tra độ chính xác lấy mẫu).*
 - [7] ISO 7347, *Ferroalloys – Experimental methods for checking the bias of sampling and sample preparation (Hợp kim fero – Phương pháp thực nghiệm để kiểm tra sai lệch lấy mẫu và chuẩn bị mẫu).*
 - [8] ISO 7373, *Ferroalloys – Experimental methods for checking the precision of sampling division (Hợp kim fero – Phương pháp thực nghiệm để kiểm tra độ chính xác phân chia mẫu).*
-