TCVN **TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

TCVN 8247 - 2 : 2009

ISO 4552-2 : 1987

Xuất bản lần 1

HỢP KIM FERO – LẤY MẪU VÀ CHUẨN BỊ MẪU CHO PHÂN TÍCH HÓA HỌC – PHẦN 2: FEROTITAN, FEROMOLIPDEN, FEROVONFRAM, FERONIOBI, FEROVANADI

Ferroalloys – Sampling and sample preparation for chemical analysis

Part 2: Ferrotitanium, ferromolybdenum, ferrotungsten, ferroniobium, ferrovanadium

HÀ NỘI – 2009

Lời nói đầu

TCVN 8247 - 2 : 2009 thay thế TCVN 3860 : 1983.

TCVN 8247 - 2 : 2009 hoàn toàn tương với ISO 4552 - 2 : 1987.

TCVN 8247 - 2 : 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 Fero - 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 hóa học
Phần 2: Ferotitan, feromolipden, ferovonfram, feroniobi, ferovanadi

Ferroalloys – Sampling and sample prepration for chemical analysis
Part 2: Ferrotitanium, ferromolybdenum, ferrotungsten, ferroniobium, ferrovanadium

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định các phương pháp lấy mẫu và chuẩn bị mẫu để xác định thành phần hóa học của một lô vật liệu ferotitan, ferovonfram, feromolipden, feroniobi hoặc ferovanadi.

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

ISO 6467, *Ferrovanadium – Determination of vanadium – Potentiometric method* (*Ferovanadi – Xác định vanadi – Phương pháp điện thế*).

3 Yêu cầu chung

3.1 Định nghĩa, yêu cầu chung cho lấy mẫu và chuẩn bị mẫu, 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 hóa học của một lô vật liệu β_{SDM}, độ chính xác lấy mẫu β_S, độ chính xác chuẩn bị mẫu β_D và độ chính xác của phương pháp phân tích β_M ở mức độ tin cậy 95 % phải được xác 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 fero	Đặc tính chất lượng, % (theo khối lượng)
Ferotitan	Hàm lượng titan
Feromolipden	Hàm lượng molipden
Ferovonfram	Hàm lượng vonfram
Feroniobi	Hàm lượng niobi
Ferovanadi	Hàm lượng vanadi

4 Độ chính xác tổng của việc xác định thành phần hóa 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 hóa học của một lô vật liệu ở mức độ 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 hóa học của lô vật liệu

Khối lượng lô vật liệu tấn		Độ chính xác tổng, β_{SDM}, % (theo khối lượng)				
Trên	Đến và bằng	FeTi	FeMo	FeW	FeNb	FeV
		Ti	Mo	W	Nb	V
40	64	0,81	–	–	–	0,74
25	40	0,82	–	–	–	0,75
16	25	0,83	0,90	0,90	0,88	0,75
10	16	0,83	0,91	0,91	0,89	0,76
5	10	0,84	0,92	0,92	0,90	0,77
3	5	0,86	0,93	0,93	0,91	0,78
1	3	0,88	0,95	0,95	0,93	0,80
0,5	1	0,90	0,98	0,98	0,95	0,82
	0,5	0,95	1,03	1,03	0,98	0,89

5 Lấy mẫu

5.1 Khối lượng của mẫu thử

Khối lượng tối thiểu của một mẫu thử là 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				
	FeTi	FeMo	FeW	FeNb	FeV
≥ 50	5,0	5,0	5,0	3,5	1,0
50	3,5	3,5	3,5	2,5	0,5
25	1,5	1,5	1,5	1,0	0,2
≤10	0,5	0,5	0,5	0,2	0,2

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 hàm số của khối lượng một lô vật liệu phải tương ứng với các giá trị cho trong Bảng 4.

CHÚ THÍCH: Có thể chấp nhận các thông số lấy mẫu khác theo thoả thuận giữa các bên có liên quan. Trong trường hợp này, số lượng tối thiểu của mẫu thử được tính theo công thức:

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

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

Khối lượng vật liệu tấn		Số lượng mẫu thử tối thiểu	Độ chính xác lấy mẫu, $\pm\beta_S$ % (theo khối lượng)			
Trên	Đến và bằng		FeTi	FeMo	FeW	FeNb
			Ti	Mo	W	Nb
40	64	28	0,23	–	–	–
25	40	24	0,25	–	–	–
16	25	20	0,27	0,29	0,29	0,25
10	16	17	0,29	0,32	0,32	0,27
5	10	14	0,32	0,35	0,35	0,29
3	5	11	0,36	0,39	0,39	0,33
1	3	9	0,40	0,43	0,43	0,37
0,5	1	7	0,45	0,49	0,49	0,42
	0,5	5	0,54	0,58	0,58	0,49

Bảng 5 – Số lượng mẫu thử tối thiểu và độ chính xác lấy mẫu đối với ferovanadi

Khối lượng lô vật liệu *tấn*		Số lượng mẫu thử tối thiểu	Độ chính xác lấy mẫu, $\pm \beta_S$, % (theo khối lượng)
Trên	Đến và bằng		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

5.2.2 Đối với ferovanadi, 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 5.

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 số lượng các đơn vị bao gói tương ứng với số lượng các mẫu thử được nêu trong các Bảng 4 và Bảng 5. Phải lấy một mẫu thử từ mỗi đơn vị bao gói. 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.

5.4 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.

Nếu cần xác định chính xác hơn đặc tính chất lượng của một lô vật liệu thì có thể chuẩn bị mỗi mẫu thử hoặc mỗi mẫu con và phân tích các mẫu này một cách riêng biệt.

6 Chuẩn bị mẫu

6.1 Độ chính xác chuẩn bị mẫu

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

Bảng 6 – Độ chính xác chuẩn bị mẫu

Hợp kim fero	Độ chính xác chuẩn bị mẫu $\pm\beta_S$ % (theo khối lượng)
Ferotitan	0,5 Ti
Feromolip đen	0,6 Mo
Ferovonfram	0,6 W
Feroniobi	0,6 Nb
Ferovanadi	0,4 V

6.2 Sự phân chia mẫu

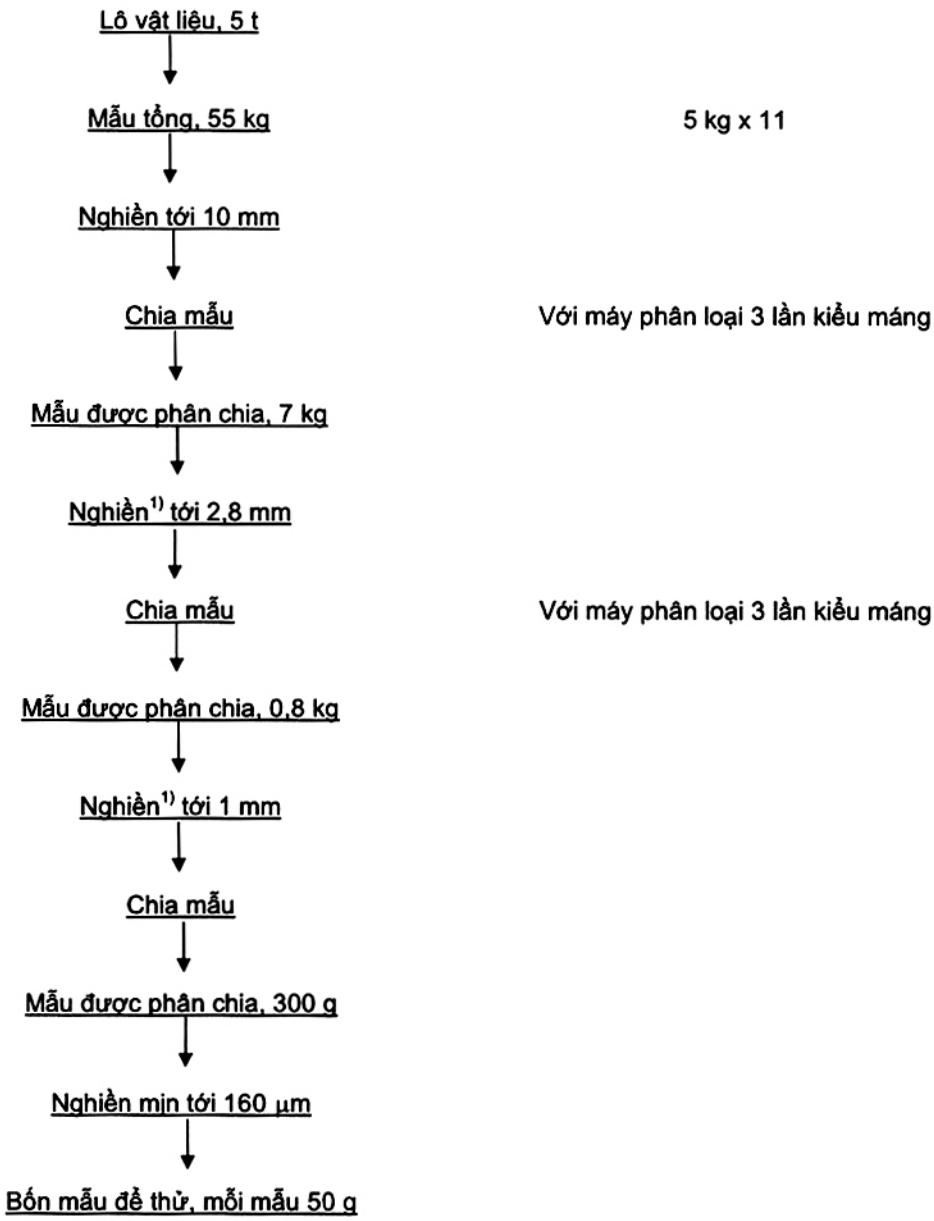
6.2.1 Các phương pháp phân chia mẫu phải tuân theo các yêu cầu của ISO 3713.

6.2.2 Một mẫu tổng hoặc một mẫu thử phải được nghiền thành hạt để có thể đi qua được sàng có cỡ lỗ sàng 10 mm × 10 mm, và sau đó phải được phân chia phù hợp với Bảng 7.

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

Kích thước danh nghĩa lớn nhất của vật liệu trong mẫu, mm	Khối lượng tối thiểu của mẫu được phân chia, kg	
	FeTi, FeNb	FeMo, FeW, FeV
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

Một ví dụ về phân chia mẫu tổng được nêu trên Hình 1.



Hình 1 – Sơ đồ chuẩn bị mẫu tổng ferotitan (ví dụ)

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

6.3 Nghiền và trộn

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

7 Mẫu để thử

7.1 Khối lượng của một mẫu để thử phân tích hóa học không được nhỏ hơn 50 g. Kích thước danh nghĩa lớn nhất của vật liệu trong một mẫu để thử không được lớn hơn 160 µm đối với tất cả các hợp kim fero, trừ ferovanadi. Kích thước danh nghĩa lớn nhất của ferovanadi không được lớn hơn 250 µm (xem ISO 6467).

7.2 Số lượng các mẫu để thử, sự bao gói và ghi nhãn của 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 giả định 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. Các giá trị σ_I được chấp nhận để tính số lượng các mẫu thử được cho trong Bảng A.1.

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

<table>
<tr><th rowspan="3">Quốc gia thành viên</th><th colspan="8">Sai lệch chuẩn giữa các mẫu thử, σ_I, % (theo khối lượng)</th></tr>
<tr><th colspan="2">FeMo</th><th>Fe W</th><th colspan="2">FeTi</th><th>FeNb</th><th colspan="2">FeV*</th></tr>
<tr><th>HC</th><th>LC</th><th></th><th>(LTi)</th><th>(H Ti)</th><th></th><th>(HV)</th><th>(LV)</th></tr>
<tr><td></td><td colspan="2">Mo</td><td>W</td><td colspan="2">Ti</td><td>Nb</td><td colspan="2">V</td></tr>
<tr><td>Nhật Bản</td><td>0,65</td><td>0,45</td><td>0,56</td><td colspan="2">0,465</td><td>0,353</td><td>0,261</td><td>–</td></tr>
<tr><td>Liên bang Nga</td><td>–</td><td>0,70</td><td>0,67</td><td>0,345</td><td>0,67</td><td>0,63</td><td>–</td><td>0,57</td></tr>
<tr><td rowspan="2">σ_I</td><td>0,65</td><td>0,59</td><td rowspan="2">0,62</td><td rowspan="2">–</td><td rowspan="2">0,576</td><td rowspan="2">0,51</td><td colspan="2" rowspan="2">0,44</td></tr>
<tr><td colspan="2">0,62</td></tr>
<tr><td>Được chấp nhận cho tính</td><td colspan="2">0,65</td><td>0,65</td><td colspan="2">0,60</td><td>0,55</td><td colspan="2">0,45</td></tr>
<tr><td colspan="9">FeV40 được nung chảy bằng cách sử dụng xỉ lò chuyển có hàm lượng vanadi cao.</td></tr>
</table>

A.1.3 Độ chính xác lấy mẫu, β_S

Độ chính xác lấy mẫu được thừa nhận là ± 0,20 % đối với các lô vật liệu có khối lượng 64 t, đến ± 0,55 % đối với các lô vật liệu có khối lượng 0,5 t, bảo đảm giá trị lớn nhất của độ chính xác

tổng β_{SDM} không lớn hơn ± 1,0 %.

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

A.2.1 Công thức tính

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

A.2.2 Độ không đồng nhất của lô vật liệu, σ_D

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)
Ferotitan	0,25 Ti
Feromolipden	0,3 Mo
Ferovonfram	0,3 W
Feroniobi	0,3 Nb
Ferovanadi	0,2 V

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

Các giá trị σ_M đối với phép đo đơn được cho trong Bảng A.3.

Bảng A.3 – Sai lệch chuẩn của phương pháp phân tích

Hợp kim fero	Sai lệch chuẩn của phân tích hóa học, σ_M, % (theo khối lượng)
Ferotitan	0,3 Ti
Feromolipden	0,3 Mo
Ferovonfram	0,3 W
Feroniobi	0,3 Nb
Ferovanadi	0,3 V

Thư mục tài liệu tham khảo

[1] TCVN 5014 (ISO 5454), *Ferotitan – Đặc tính kỹ thuật và điều kiện cung cấp.*

[2] ISO 5450, Ferrotungsten -- Specification and conditions of delivery (Ferovonfram - *Đặc tính kỹ thuật và điều kiện cung cấp*).

[3] ISO 5451, Ferrovanadium -- Specification and conditions of delivery (Ferovanadi - *Đặc tính kỹ thuật và điều kiện cung cấp*).

[4] ISO 5452, Ferromolybdenum -- Specification and conditions of delivery (Feromolipden - *Đặc tính kỹ thuật và điều kiện cung cấp*).

[5] ISO 5453, Ferroniobium -- Specification and conditions of delivery (Feroniobi - *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 prepation* (*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*).