

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 8521:2010**

**ISO 9556:1989**

Xuất bản lần 1

**THÉP VÀ GANG - XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CACBON TỔNG  
- PHƯƠNG PHÁP HẤP THỤ HỒNG NGOẠI SAU KHI ĐỐT  
TRONG LÒ CẢM ỨNG**

*Steel and iron – Determination of total carbon content –  
Infrared absorption method after combustion in an induction furnace.*

HÀ NỘI - 2010

**Lời nói đầu**

TCVN 8521:2010 hoàn toàn tương với ISO 9556:1989.

TCVN 8521:2010 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC 17 *Thép* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

## Thép và gang - Xác định hàm lượng cacbon tổng -

### Phương pháp hấp thụ hồng ngoại sau khi đốt trong lò cảm ứng

*Steel and iron – Determination of total carbon content –*

*Infrared absorption method after combustion in an induction furnace*

#### 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp hấp thụ hồng ngoại sau khi đốt trong lò cảm ứng để xác định hàm lượng cacbon tổng số trong thép và gang.

Phương pháp này áp dụng cho hàm lượng cacbon trong phạm vi 0,003% (khối lượng) và 4,5 % (khối lượng).

#### 2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu dưới đây là rất cần thiết đối với việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với tài liệu có ghi năm công bố, áp dụng phiên bản được nêu. Đối với tài liệu không có năm công bố, áp dụng phiên bản mới nhất kể cả các sửa đổi, nếu có.

TCVN 1811 (ISO 14284), *Thép và gang – Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu để xác định thành phần hoá học.*

TCVN 6910 (ISO 5725), *Độ chính xác (độ đúng và độ chụm) của phương pháp đo và kết quả đo.*

TCVN 7149 (ISO 385), *Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh - Buret.*

TCVN 7151 (ISO 648), *Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh - Pipet một mức.*

TCVN 7153 (ISO 1042), *Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh - Bình định mức.*

#### 3 Nguyên tắc

Đốt mẫu phân tích cùng với chất trợ dung ở nhiệt độ cao trong lò cao tần có dòng oxy tinh khiết đi qua. Chuyển đổi cacbon sang dạng khí cacbonic hoặc cacbon oxit.

## TCVN 8521:2010

Đo độ hấp thụ hồng ngoại của khí cacbonic hoặc khí cacbon oxit được dòng oxy mang tới.

### 4 Thuốc thử

Trong quá trình phân tích, nếu không có thoả thuận nào khác, thì chỉ sử dụng thuốc thử được công nhận tinh khiết phân tích và chỉ sử dụng nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương ứng.

#### 4.1 Nước, không chứa khí cacbonic

Đun sôi nước 30 min, làm nguội đến nhiệt độ phòng và sục oxy (4.2) sủi bong bóng trong 15 min. Chuẩn bị ngay trước khi sử dụng.

#### 4.2 Oxy, hàm lượng tối thiểu 99,5% (khối lượng)

Cần phải sử dụng một ống xúc tác oxy hoá [đồng (II) oxit hoặc platin] được nung nóng trên 450 °C đặt trước thiết bị làm sạch (xem phụ lục C) khi nghi ngờ có tạp chất hữu cơ trong khí oxy.

#### 4.3 Sắt tinh khiết, hàm lượng cacbon thấp biết trước, nhỏ hơn 0,0010 % (khối lượng).

4.4 Dung môi phù hợp, thích hợp cho việc rửa dầu mỡ hoặc chất bẩn bám vào mẫu phân tích, ví dụ như axêton.

#### 4.5 Magiê peclorat [ $Mg(ClO_4)_2$ ], kích thước hạt: từ 0,7 mm đến 1,2 mm.

#### 4.6 Bari cacbonat

Bari cacbonat [hàm lượng tối thiểu 99,5% (khối lượng)] được sấy ở nhiệt độ 105 °C đến 110 °C trong 3 h và làm nguội trong bình hút ẩm trước khi dùng.

#### 4.7 Natri cacbonat

Natri cacbonat khan (hàm lượng tối thiểu 99,9%) được sấy ở nhiệt độ 285 °C trong 2 h và làm nguội trong bình hút ẩm trước khi dùng.

4.8 Chất trợ dung: bột đồng, hỗn hợp vonfram-thiếc hoặc vonfram với hàm lượng cacbon đã biết thấp hơn 0,0010 % (khối lượng).

#### 4.9 Đường sacarô, dung dịch tiêu chuẩn tương ứng 25 g C trên lit.

Cân chính xác 14,834 g đường sacarô ( $C_{12}H_{22}O_{11}$ ) (loại tinh khiết phân tích) trước đó đã được sấy khô ở 100 °C đến 105 °C trong 2,5 h và được làm nguội trong bình hút ẩm.

Hoà tan trong khoảng 100 ml nước (4.1), chuyển hết vào bình định mức 250 ml, thêm nước (4.1) đến vạch và lắc đều.

1 ml dung dịch tiêu chuẩn chứa 25 mg C.

#### 4.10 Natri cacbonat, dung dịch tiêu chuẩn tương ứng 25 g C trên lit.

Cân chính xác 55,152 g natri cacbonat (4.7), hoà tan vào khoảng 200 ml nước (4.1), chuyển một cách định lượng vào bình định mức 250 ml, thêm nước (4.1) đến vạch và lắc kỹ.

1 ml dung dịch tiêu chuẩn chứa 25 mg C.

**4.11 Sứ trơ** (đất sét nung quá lửa) được ngâm tẩm với natri hydroxit, kích thước hạt từ 0,7 mm đến 1,2 mm.

## 5 Thiết bị, dụng cụ

Trong quá trình phân tích, nếu không có khuyến nghị nào khác, thì chỉ sử dụng dụng cụ thí nghiệm thông thường.

Tất cả dụng cụ thủy tinh đo thể tích phải là loại A phù hợp với TCVN 7149 (ISO 385), TCVN 7151 (ISO 648) hoặc TCVN 7153 (ISO 1042).

Dụng cụ cần thiết cho việc đốt trong lò cảm ứng và tiếp đến là đo sự hấp thụ hồng ngoại của khí cacbonic hoặc khí cacbon oxit sinh ra, có thể mua từ một số nhà sản xuất. Tiếp theo là các hướng dẫn vận hành thiết bị của nhà sản xuất.

Đặc tính của các thiết bị có trên thị trường được nêu trong phụ lục C.

**5.1 Micrôpipet**, 100  $\mu$ l, giới hạn sai số phải nhỏ hơn 1  $\mu$ l.

**5.2 Bao thiếc**, đường kính khoảng 6 mm, cao 18 mm, khối lượng 0,3 g và thể tích khoảng 0,4 ml, có hàm lượng cacbon thấp đã biết, nhỏ hơn 0,0010 % (khối lượng).

**5.3 Chén sứ**, có khả năng chịu được nung đốt trong lò cảm ứng.

Nung chén trong lò điện có không khí hoặc có dòng oxy đi qua ở nhiệt độ 1100 °C trong thời gian không ít hơn 2 h và bảo quản trong bình hút ẩm trước khi dùng.

CHÚ THÍCH: Để xác định hàm lượng cacbon thấp, nên nung chén trong dòng oxy ở 1350 °C

## 6 Lấy mẫu

Tiến hành lấy mẫu thép và gang phù hợp với TCVN 1811 (ISO 14284).

## 7 Tiến hành thử

**CẢNH BÁO:** Những rủi ro liên quan đến quá trình phân tích bằng phương pháp đốt chủ yếu là gây bong khi nung sơ bộ chén sứ và khi nung chảy mẫu. Phải sử dụng cặp gắp chén trong tất cả các thao tác và cặp phải có vòng đỡ phù hợp với chén sứ dụng. Khi thao tác với chai oxy cần chú ý phòng ngừa những điều thông thường nhất. Sau khi đốt mẫu, phải loại bỏ hết oxy khỏi thiết bị bởi vì nếu oxy có nồng độ cao trong một không gian nhỏ hẹp sẽ dễ gây hoả hoạn.

### 7.1 Hướng dẫn vận hành chung

## **TCVN 8521:2010**

Làm sạch dòng oxy đi vào bằng các ống chứa vụn sứ trơ (5.14) có tấm natri hydroxit (5.12) và magie peclorat (5.13) và trong thời gian chờ giữ tốc độ dòng khí ổn định. Ghép nối chắc chắn phễu lọc chứa sỏi thủy tinh hoặc phễu có vách ngăn bằng thép không gỉ làm bộ phận gom bụi bẩn. Làm sạch và thay đổi phễu khi cần. Vòm lò, trụ giá nâng và ống lọc phải được làm sạch thường xuyên để loại bỏ bụi oxit bám vào.

Khi bật máy sau một thời gian không hoạt động, cần phải ổn định máy một thời gian theo quy định của nhà sản xuất.

Sau khi làm sạch buồng lò hoặc thay đổi phễu lọc bụi hoặc thiết bị sau một thời gian không hoạt động, cần tiến hành đốt một số mẫu tương tự như mẫu phân tích để ổn định thiết bị trước khi bố trí phân tích.

Thông mạnh oxy qua thiết bị và điều chỉnh bộ điều khiển thiết bị về số 0.

Nếu thiết bị sử dụng có thang số đo trực tiếp ra phần trăm cacbon, việc điều chỉnh số ghi của thiết bị cho từng phạm vi đường chuẩn như sau:

Chọn mẫu tiêu chuẩn gang được chứng nhận có hàm lượng cacbon gần với hàm lượng cacbon lớn nhất trong dãy chuẩn, đo hàm lượng cacbon của mẫu tiêu chuẩn được chứng nhận theo quy định trong 7.4.

Điều chỉnh số ghi của thiết bị theo trị số mẫu tiêu chuẩn (xem chú thích 2).

CHÚ THÍCH 2 : Việc điều chỉnh này phải được thực hiện trước việc căn chỉnh quy định trong 7.5. Nó không thay thế hoặc sửa đổi việc căn chỉnh.

### **7.2 Phần mẫu thử**

Tẩy dầu mỡ mẫu phân tích bằng cách rửa trong dung môi thích hợp (4.4). Phải chú ý sấy nóng để làm bay hơi hết các vết dung môi cuối cùng.

Dùng cân có độ chính xác 0,001 g, cân 1 g mẫu phân tích có hàm lượng cacbon nhỏ hơn 1% và 0,5 g đối với mẫu phân tích có hàm lượng cacbon lớn hơn 1 %.

CHÚ THÍCH: Khối lượng mẫu phân tích tùy thuộc vào loại thiết bị sử dụng.

### **7.3 Thí nghiệm trắng**

Trước khi xác định mẫu phân tích, tiến hành thử lần lượt hai thí nghiệm trắng giống hệt nhau.

Cho bao thiếc (5.2) (xem chú thích 1) vào chén sứ (5.3), ấn nhẹ bao thiếc xuống phía đáy chén. Cho cùng một lượng sắt tinh khiết (4.3) như trong xác định mẫu phân tích (7.2), thêm cùng một lượng chất trợ dung (4.8) (xem chú thích 2) như cho vào mẫu phân tích.

Thao tác chén trên như các quy định trong đoạn thứ hai và thứ ba của 7.4.

Ghi lại kết quả đọc được của các thí nghiệm trắng và chuyển đổi sang miligam cacbon bằng đồ thị chuẩn (xem 7.5).

Kết quả của thí nghiệm trắng là lượng cacbon phân tích thí nghiệm trắng trừ đi lượng cacbon trong sắt tinh khiết sử dụng.

Giá trị trung bình thí nghiệm trắng ( $\bar{m}_1$ ) được tính từ hai giá trị thí nghiệm trắng (xem chú thích 3).

#### CHÚ THÍCH:

1. Trong những trường hợp áp dụng đường chuẩn 7.5.1 và 7.5.2, sử dụng chén sứ được chuẩn bị như sau:

Chuẩn bị bao thiếc, dùng micropipet (5.1) hút 100  $\mu$ l nước 4.1 cho vào một bao thiếc (5.2) và sấy khô trong 2 h ở 90 °C.

2. Lượng chất trợ dung tùy thuộc vào đặc điểm riêng của từng thiết bị và loại mẫu phân tích. Lượng dung phải đủ để mẫu đốt cháy hoàn toàn.

3. Kết quả trung bình thí nghiệm trắng cũng như hiệu giữa hai kết quả thí nghiệm trắng, cả hai không được vượt quá 0,01 mg cacbon. Nếu các giá trị này cao bất thường, phải nghiên cứu và loại trừ các nguồn gây sai lệch.

#### 7.4 Cách xác định

Lấy một bao thiếc (5.2) cho vào chén sứ (5.3), ấn nhẹ bao thiếc xuống đáy chén sứ và cho mẫu phân tích (7.2) vào, phủ lên trên một lượng thích hợp chất trợ dung (4.8) (xem ghi chú 2 trong 7.3)

Đặt chén sứ chứa mẫu lên giá đỡ, nâng giá lên vị trí đốt và khoá kín hệ thống. Vận hành lò theo đúng hướng dẫn của nhà sản xuất thiết bị.

Khi kết thúc đốt mẫu, tiến hành đo đạc và ghi lại số liệu quá trình thực hiện đồng thời gấp chén sứ ra và vứt bỏ.

#### 7.5 Dụng đồ thí chuẩn

7.5.1 Các mẫu có hàm lượng cacbon trong khoảng 0,003% (khối lượng) và 0,01 % (khối lượng).

##### 7.5.1.1 Chuẩn bị loạt mẫu chuẩn

Chuyển các thể tích dung dịch tiêu chuẩn đường sacarô (4.9) hoặc dung dịch tiêu chuẩn natri cacbonat (4.10) như ghi trong Bảng 1 vào năm bình định mức một vạch mức 250 ml. Pha loãng bằng nước (4.1) đến vạch và lắc đều.

Dùng micropipet (5.1) chuyển 100  $\mu$ l của từng dung dịch đã pha loãng vào năm bao thiếc (5.2) và sấy khô ở 90 °C trong 2 h.

Làm nguội đến nhiệt độ phòng trong bình hút ẩm.

Bảng 1

Thể tích dung dịch tiêu chuẩn (4.9) hoặc (4.10) ml	Khối lượng cacbon trong dung dịch pha loãng mỗi mililit mg	Khối lượng cacbon lấy vào trong bao thiếc mg	Hàm lượng cacbon trong mẫu phân tích %(khối lượng)
0 <sup>1)</sup>	0	0	0
1,0	0,10	0,010	0,001
2,0	0,20	0,020	0,002
5,0	0,50	0,050	0,005
10,0	1,00	0,100	0,010

<sup>1)</sup> Mẫu chuẩn "không"

#### 7.5.1.2 Tiến hành đo

Chuyển bao thiếc chứa đường sacarô hoặc natri cacbonat vào chén sứ (5.3), ấn nhẹ bao thiếc xuống đáy chén sứ và cho 1,000 g sắt tinh khiết (4.3) và phủ lên trên với cùng một lượng chất trợ dung (4.8) (xem ghi chú 2 trong 7.3) giống như sẽ cho vào mẫu phân tích.

Thao tác chén sứ có chứa mẫu như quy định trong mục hai và mục ba của 7.4.

#### 7.5.1.3 Vẽ đồ thị chuẩn

Số đo thực thu được là số đo của từng mẫu chuẩn trong dãy chuẩn trừ đi số đo của mẫu chuẩn "không".

Dựng đồ thị chuẩn bằng cách vẽ các số đo thực ứng với số miligam cacbon của từng mẫu chuẩn trong dãy chuẩn.

### 7.5.2 Mẫu có hàm lượng cacbon trong phạm vi 0,01 % (khối lượng) và 0,1 % (khối lượng)

#### 7.5.2.1 Chuẩn bị loạt mẫu chuẩn

Chuyển các thể tích dung dịch tiêu chuẩn đường sacarô (4.9) hoặc dung dịch tiêu chuẩn natri cacbonat (4.10) như ghi trong Bảng 2 vào năm bình định mức một vạch mức 50 ml. Pha loãng bằng nước (4.1) đến vạch và lắc đều.

Dùng micropipet (5.1) chuyển 100  $\mu$ l của từng dung dịch đã pha loãng vào năm bao thiếc (5.2) và sấy khô ở 90 °C trong 2 h.

Làm nguội đến nhiệt độ phòng trong bình hút ẩm.



Bảng 2

Thể tích dung dịch tiêu chuẩn [(4.9) hoặc (4.10)] ml	Khối lượng cacbon trong dung dịch pha loãng mỗi mililit mg	Khối lượng cacbon lấy vào trong bao thiếc mg	Hàm lượng cacbon trong mẫu phân tích % (khối lượng)
0 <sup>1)</sup>	0	0	0
2,0	1,0	0,10	0,010
4,0	2,0	0,20	0,020
10,0	5,0	0,50	0,050
20,0	10,0	1,00	0,100

<sup>1)</sup> Mẫu chuẩn "không"

### 7.5.2.2 Tiến hành đo

Theo quy định trong 7.5.1.2

### 7.5.2.3 Vẽ đồ thị chuẩn

Theo quy định trong 7.5.1.3

## 7.5.3 MẪU CÓ HÀM LƯỢNG cacbon trong phạm vi 0,1 % (khối lượng) và 1,0 % (khối lượng)

### 7.5.3.1 Chuẩn bị loạt mẫu chuẩn

Dùng cân có độ chính xác 0,0001 g, cân các khối lượng bari cacbonat (4.6) và natri cacbonat (4.7) được nêu trong Bảng 3 và chuyển vào năm bao thiếc (5.2).

Bảng 3

Khối lượng chất chuẩn,mg		Khối lượng cacbon cho vào bao thiếc mg	Hàm lượng cacbon trong mẫu phân tích % (khối lượng)
Bari cacbonat (4.6)	Natri cacbonat (4.7)		
0 <sup>1)</sup>	0 <sup>1)</sup>	0	0
16,4	8,8	1,0	0,10
32,9	17,7	2,0	0,20
82,1	44,1	5,0	0,50
164,3	88,2	10,0	1,00

<sup>1)</sup> Mẫu chuẩn "không"

## TCVN 8521:2010

### 7.5.3.2 Tiến hành đo

Chuyển bao thiếc chứa bari cacbonat hoặc natri cacbonat vào chén sứ (5.3), ấn nhẹ bao thiếc xuống đáy chén sứ và cho 1,000 g sắt tinh khiết (4.3) và phủ lên trên với cùng một lượng chất trợ dung (4.8) (xem ghi chú 2 trong 7.3) giống như sẽ cho vào mẫu phân tích .

Thao tác chén sứ có chứa mẫu như quy định trong mục hai và mục ba của 7.4.

### 7.5.3.3 Về đồ thị chuẩn

Như quy định trong 7.5.1.3

### 7.5.4 Mẫu có hàm lượng cacbon trong phạm vi 1,0 % (khối lượng) và 4,5 % (khối lượng)

#### 7.5.4.1 Chuẩn bị loạt mẫu chuẩn

Dùng cân có độ chính xác 0,0001 g, cân các khối lượng bari cacbonat (4.6) và natri cacbonat (4.7) được nêu trong Bảng 4 và chuyển vào năm bao thiếc (5.2).

CHÚ THÍCH: Nếu lượng bari cacbonat đã cân không thể chuyển hết sang bao thiếc, có thể đổ trực tiếp xuống đáy chén sứ.

**Bảng 4**

Khối lượng chất chuẩn,mg		Khối lượng cacbon cho vào bao thiếc mg	Hàm lượng cacbon trong mẫu phân tích % (khối lượng)
Bari cacbonat (4.6)	Natri cacbonat (4.7)		
0 <sup>*)</sup>	0 <sup>*)</sup>	0	0
82,1	44,1	5,0	1,0
164,3	88,2	10,0	2,0
246,4	132,3	15,0	3,0
369,7	198,6	22,5	4,5

<sup>\*)</sup> Mẫu chuẩn "không"

#### 7.5.4.2 Tiến hành đo

Chuyển bao thiếc chứa bari cacbonat hoặc natri cacbonat vào chén sứ (5.3), ấn nhẹ bao thiếc xuống đáy chén sứ và cho 0,500 g sắt tinh khiết (4.3) và phủ lên trên với cùng một lượng chất trợ dung (4.8) (xem ghi chú 2 trong 7.3) giống như sẽ cho vào mẫu phân tích.

Thao tác chén sứ có chứa mẫu như trong đoạn hai và ba của 7.4.

#### 7.5.4.3 Về đồ thị chuẩn

Như quy định trong 7.5.1.3

## 8 Tính toán kết quả

### 8.1 Phương pháp tính

Dùng đồ thị chuẩn (7.5), chuyển đổi số ghi của mẫu phân tích trên máy phân tích ra miligam cacbon ( $m_0$ ).

Hàm lượng cacbon biểu thị bằng phần trăm theo khối lượng được tính bằng công thức sau:

$$\frac{(m_0 - \bar{m}_1)}{m \times 10^3} \times 100$$

$$= \frac{(m_0 - \bar{m}_1)}{10m}$$

Trong đó:

$m_0$  là khối lượng của cacbon trong mẫu phân tích, tính bằng miligam;

$\bar{m}_1$  là khối lượng của cacbon trong thí nghiệm trắng (7.3), tính bằng miligam;

$m$  là khối lượng của mẫu phân tích (7.2), tính bằng gam.

### 8.2 Độ chụm

Việc kiểm tra độ chụm của phương pháp này do 22 phòng thí nghiệm thực hiện, sử dụng 12 mức hàm lượng cacbon, mỗi một phòng thí nghiệm xác định 3 kết quả cho từng mức cacbon (xem chú thích 1 và 2).

Mẫu phân tích sử dụng và kết quả trung bình được trình bày trong Bảng A.1.

Kết quả được xử lý bằng phương pháp thống kê phù hợp với TCVN 6910 (ISO 5725).

Dữ liệu thu được biểu thị mối tương quan logarit giữa cacbon và độ lặp lại ( $r$ ) và độ tái lập ( $R$  và  $R_w$ ) của các kết quả mẫu phân tích (xem chú thích 3) cũng như được tóm tắt ở Bảng 5. Đồ thị biểu diễn các dữ liệu về độ chụm được nêu trong phụ lục B.

CHÚ THÍCH :

- Hai trong ba kết quả xác định được thực hiện trong những điều kiện có độ lặp lại như đã xác lập trong TCVN 6910 (ISO 5725), nghĩa là một nhân viên thí nghiệm với cùng thiết bị, điều kiện vận hành giống hệt nhau, cùng đường chuẩn và một khoảng thời gian ngắn nhất.
- Kết quả xác định thứ ba được thực hiện tại một thời điểm khác (ở một ngày khác) cũng do chính nhân viên thí nghiệm như trong Chú thích 1 sử dụng cùng thiết bị với đường chuẩn mới.
- Từ hai kết quả của ngày 1, độ lặp lại ( $r$ ) và độ tái lập ( $R$ ) được tính theo phương pháp quy định trong TCVN 6910 (ISO 5725). Từ kết quả đầu tiên trong ngày 1 và kết quả trong ngày 2, tính được độ tái lập ( $R_w$ ) của nội bộ phòng thí nghiệm.

Bảng 5

Hàm lượng cacbon % (khối lượng)	Độ lặp lại $r$	Độ tái lập	
		$R$	$R_w$
0,003	0,00053	0,00119	0,00077
0,005	0,00069	0,00160	0,00102
0,01	0,00099	0,00240	0,00150
0,02	0,00142	0,00359	0,00220
0,05	0,00229	0,00612	0,00365
0,1	0,00329	0,00917	0,00536
0,2	0,00472	0,0137	0,00785
0,5	0,00762	0,0234	0,0130
1,0	0,0110	0,0351	0,0191
2,0	0,0157	0,0526	0,0280
4,5	0,0240	0,0844	0,0438

## 9 Báo cáo thử

Báo cáo thử phải bao gồm các thông tin sau:

- Tất cả mọi thông tin cần thiết để phân biệt mẫu, phòng thí nghiệm và ngày tháng phân tích;
- Phương pháp sử dụng viện dẫn tiêu chuẩn này;
- Kết quả và hình thức chúng được biểu thị;
- Những nét đặc biệt khác thường được ghi lại trong quá trình xác định;
- Mọi cách thao tác không được quy định trong tiêu chuẩn này hoặc mọi cách thao tác tùy ý có ảnh hưởng đến kết quả phân tích.

## Phụ lục A

(Tham khảo)

## Thông tin bổ sung về thử nghiệm có sự hợp tác quốc tế

Bảng 5 là kết quả từ phân tích đối chứng quốc tế lần thứ hai được tiến hành trong năm 1985 trên bảy mẫu thép và năm mẫu gang ở 8 quốc gia do 22 phòng thí nghiệm thực hiện.

Kết quả đối chứng được thông báo trong tài liệu I17/1 N 668, tháng 4 năm 1986. Đồ thị biểu diễn các dữ liệu về độ chụm được trình bày trong Phụ lục B.

Các mẫu phân tích đã sử dụng được liệt kê trong Bảng A.1.

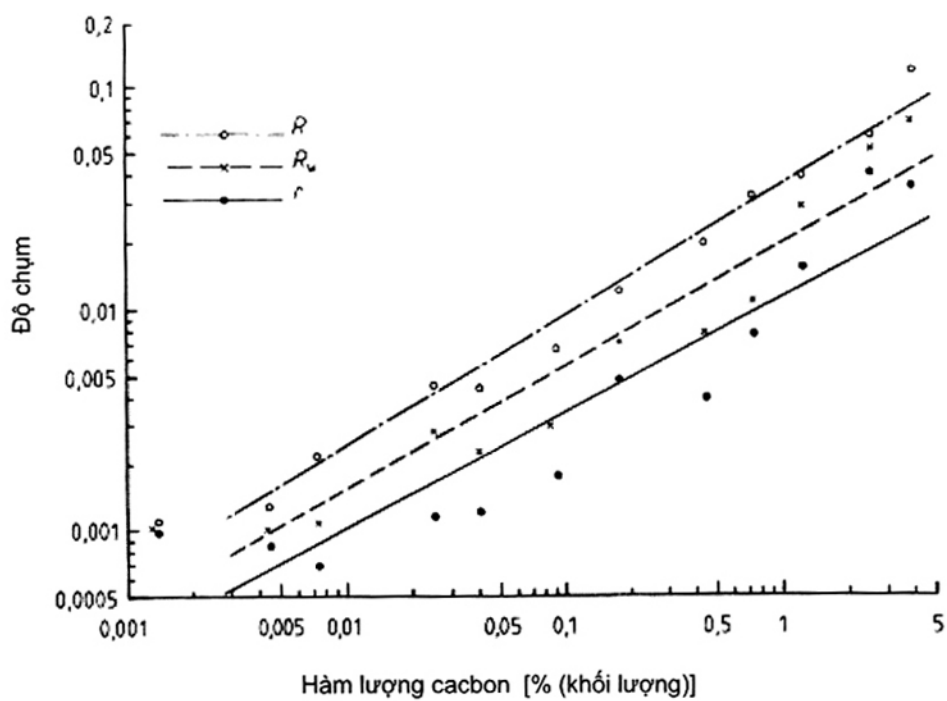
Bảng A1 - Mẫu phân tích đã sử dụng

Mẫu		Hàm lượng cacbon		
		Công nhận chuẩn	Tìm thấy	
			$\bar{w}_1$	$\bar{w}_2$
EURO B 097-1	Sắt tinh khiết cao	$\leq 0,002$	0,0014	0,0013
JSS 001-2	Sắt tinh khiết cao	0,0047	0,0045	0,0044
NBS SRM 365	Sắt điện phân	0,0068	0,0075	0,0075
BCS 431/1	Thép cacbon	0,026	0,0258	0,0257
JSS 171-3	Thép mềm	0,042	0,0412	0,0409
NBS SRM 15g	Thép cacbon	0,094	0,0928	0,0926
JSS 030-4	Thép cacbon	0,18	0,183	0,182
EURO F 080-1	Thép cacbon	0,452	0,457	0,456
NBS SRM 14f	Thép cacbon	0,735	0,760	0,760
EURO B 063-1	Thép cacbon	1,26	1,267	1,266
NBS SRM 3d	Gang trắng	2,54	2,556	2,559
JSS 110-7	Gang thời	4,12	4,095	4,095
$\bar{w}_1$ : trung bình trong ngày				
$\bar{w}_2$ : trung bình khác ngày				

## Phụ lục B

(Tham khảo)

## Đồ thị biểu diễn các dữ liệu về độ chụm



Hình B.1 – Mối tương quan logarit giữa hàm lượng cacbon [% (khối lượng)] và độ lặp lại ( $r$ ) hoặc độ tái lập ( $R$  hoặc  $R_w$ )

## **Phụ lục C**

(Tham khảo)

### **Các đặc tính của lò cảm ứng cao tần và máy phân tích cacbon hồng ngoại trên thị trường**

**C.1 Nguồn oxy**, được nối với van tinh chỉnh và một đồng hồ áp suất. Bộ phận điều chỉnh áp lực cần khống chế được áp suất oxy dẫn tới lò theo thông số kỹ thuật của nhà sản xuất. Áp suất thường dùng là  $28 \text{ kN/m}^2$ .

**C.2 Bộ phận làm sạch**, gồm sứ trơ tẩm natri hydroxit đặt trong ống hấp thụ khí cacbonic và magie peclorat trong ống khử nước.

**C.3 Lưu lượng kế**, có khả năng đo dòng oxy từ 0 l/min đến 4 l/min.

#### **C.4 Lò cao tần**

**C.4.1** Lò đốt bao gồm một cuộn cảm ứng và một máy phát cao tần. Buồng lò gồm một ống silic oxit (ví dụ như ống có đường kính ngoài 30 mm đến 40 mm, đường kính trong 26 mm đến 36 mm, chiều dài 200 mm đến 220 mm) được gắn vào phía trong một cuộn cảm ứng. Ở đầu trên và dưới của ống silic oxit được bọc các tấm kim loại theo hình chữ O. Đầu vào và đầu ra của khí được chế tạo đi qua các tấm kim loại này.

**C.4.2** Máy phát thường dùng có công suất biểu kiến là 1,5 kVA tới 2,5 kVA, nhưng tần số có thể khác nhau ở một vài nhà sản xuất thiết bị. Các tần số đã được sử dụng là 2 MHz đến 6 MHz, 15 MHz và 20 MHz. Điện năng từ máy phát được cấp cho cuộn cảm bao quanh ống lò silic và nó thường được làm nguội bằng không khí.

**C.4.3** Chén sứ chứa mẫu, chất trợ dung được đặt trên trụ đỡ tại một vị trí chuẩn xác sao cho khi nâng lên, phần mẫu kim loại trong chén được đặt đúng vào trong lòng cuộn cảm ứng để khi đóng điện thì xảy ra nối mạch một cách hiệu quả.

**C.4.4** Đường kính cuộn cảm ứng, số vòng cuốn, hình khối buồng lò và công suất máy phát quyết định độ nối mạch xảy ra. những nhân tố này do nhà sản xuất thiết bị quyết định.

**C.4.5** Nhiệt độ đạt được trong quá trình đốt mẫu một phần tùy thuộc vào các nhân tố nêu trong C.4.4, nhưng đồng thời cũng phụ thuộc vào đặc tính của kim loại trong chén nung, hình dạng mẫu phân tích và khối lượng các vật liệu. Một số trong các nhân tố này có thể thay đổi ở một mức độ nào đó bởi người vận hành.

**C.5 Thiết bị lọc bụi**, có khả năng thu gom bụi oxit kim loại cuốn theo dòng oxy từ lò.

**C.6 Ống khử lưu huỳnh**, bao gồm ống oxy hoá được nung nóng chứa tấm mỏng platin hoặc silic mạ platin và một bộ gom khí sunphur chứa bông xelulô.

## **TCVN 8521:2010**

### **C.7 Máy phân tích khí bằng tia hồng ngoại**

**C.7.1** Ở hầu hết các thiết bị, sản phẩm khí đốt được chuyển đến hệ thống máy phân tích theo một dòng khí oxy liên tục. Khí được đi qua một buồng tia hồng ngoại, ví dụ như loại Luft, ở đó sự hấp thụ bức xạ hồng ngoại do khí cacbonic hoặc khí oxit cacbon gây ra được đo đạc và tích hợp lại trong một khoảng thời gian đã lập trình trước. Tín hiệu được khuếch đại và chuyển đổi sang tín hiệu số trên màn hình theo thành phần phần trăm của cacbon.

**C.7.2** Trong một số máy phân tích, sản phẩm khí đốt có thể được gom trong khí oxy với một thể tích cố định và một áp suất không chế được và hỗn hợp khí cacbonic hoặc cacbon oxit được phân tích.

**C.7.3** Bộ phận điều khiển điện tử thường được dùng để điều chỉnh thiết bị về điểm "không", bù trừ cho thí nghiệm trắng, điều chỉnh sai lệch của đường chuẩn và chỉnh sửa những hiện tượng không tuyến tính. Nói chung máy phân tích có một phương tiện để nhập khối lượng mẫu tiêu chuẩn hoặc mẫu phân tích để tự động chỉnh sửa kết quả. Thiết bị đồng thời cũng được trang bị một cân tự động đi kèm để cân chén sứ, cân mẫu phân tích và chuyển các trị số này tới máy tính.

---