

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 8499:2010**

**ISO 4940:1985**

Xuất bản lần 1

**THÉP VÀ GANG - XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG NIKEN -  
PHƯƠNG PHÁP QUANG PHỔ HẤP THỤ  
NGUYÊN TỬ NGỌN LỬA**

*Steel and cast iron – Determination of nickel content –  
Flame atomic absorption spectrometric method*

**HÀ NỘI - 2010**

## Lời nói đầu

TCVN 8499:2010 hoàn toàn tương với ISO 4940:1986.

TCVN 8499:2010 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 niken - Phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa**

*Steel and cast iron – Determination of nickel content –  
Flame atomic absorption spectrometric method*

### **1 Phạm vi áp dụng**

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng niken trong thép và gang bằng máy quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa.

Phương pháp này áp dụng cho hàm lượng niken trong phạm vi từ 0,002 % (khối lượng) đến 0,5 % (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: 2009 (ISO 14284:1996) *Thép và gang – Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu thử để xác định thành phần hoá học.*

### **3 Nguyên tắc**

Hoà tan khối lượng mẫu phân tích trong hỗn hợp axit thích hợp sau đó làm bay hơi đến bốc khói với axit pecloric.

Phun dung dịch vào ngọn lửa axetylen-không khí. Đo quang phổ hấp thụ nguyên tử tại vạch phổ 352,5 nm do đèn catod niken rỗng phát ra.

## **TCVN 8499:2010**

CHÚ THÍCH: Một số thiết bị không có khả năng đạt đủ độ nhạy tại bước sóng 352,5 nm đối với nồng độ niken thấp ở phía dưới phạm vi sử dụng, trong trường hợp đó có thể sử dụng bước sóng 232,0 nm để thay thế.

Tại bước sóng 352,5 nm, tỷ lệ tín hiệu nhiều cao hơn so với tại bước sóng 232,0 nm. Nói chung dùng bước sóng 352,5 nm sẽ cho độ tái lập tốt hơn

### **4 Thuốc thử**

Nếu không có thoả thuận nào khác, thì trong quá trình phân tích chỉ sử dụng thuốc thử được chứng nhận tinh khiết phân tích và có hàm lượng niken rất thấp và chỉ sử dụng nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

Nếu có thể, chỉ sử dụng nước mới chưng cất hoặc nước được khử ion.

**4.1 Sắt có độ tinh khiết cao**, hàm lượng niken <0,0005%.

#### **4.2 Hỗn hợp axit clohydric - axit nitric**

Pha trộn ba thể tích axit clohydric,  $\rho = 1,19$  g/ml, một thể tích axit nitric,  $\rho = 1,40$  g/ml và hai thể tích nước.

Pha hỗn hợp axit ngay trước khi sử dụng.

#### **4.3 Hỗn hợp axit nitric-axit pecloric**

Pha trộn 100 ml axit nitric,  $\rho = 1,40$  g/ml, với 800 ml axit pecloric,  $\rho = 1,54$  g/ml, pha loãng bằng nước đến 1 L và lắc kỹ

CHÚ THÍCH: Có thể sử dụng axit pecloric,  $\rho = 1,54$  g/ml. 100 ml axit pecloric,  $\rho = 1,54$  g/ml, tương đương 79 ml axit pecloric,  $\rho = 1,67$  g/ml.

**4.4 Niken**, dung dịch tiêu chuẩn.

##### **4.4.1 Dung dịch gốc**, tương ứng với 1 g Ni trên lit.

Dùng cân có độ chính xác 0,001 g, cân 0,500 0 g niken có độ tinh khiết cao (độ tinh khiết  $\geq 99,9\%$ ) và hoà tan trong 25 ml axit nitric,  $\rho = 1,40$  g/ml, được pha loãng 1+1. Đun sôi loại hết khói nitơ. Làm nguội và chuyển dung dịch vào bình định mức 500 ml, pha loãng bằng nước đến vạch và lắc kỹ.

##### **4.4.2 Dung dịch tiêu chuẩn**, tương ứng 40 mg Ni trên lit

Cho 10,0 ml dung dịch gốc 4.4.1 vào bình định mức 250 ml, pha loãng bằng nước đến vạch và lắc kỹ.

1 ml dung dịch tiêu chuẩn này chứa 40  $\mu\text{g}$  Ni.

Pha chế dung dịch tiêu chuẩn trước khi dùng

## 5 Thiết bị, dụng cụ

Dụng cụ thông dụng trong phòng thí nghiệm, và

### 5.1 Máy quang phổ hấp thụ nguyên tử

Có đèn catod niken rỗng, có nguồn cấp không khí và axetylen hoàn toàn tinh khiết để có ngọn lửa tại vòi đốt trong sáng và ổn định, không lẫn hơi nước, hơi dầu cũng như niken.

Máy quang phổ hấp thụ nguyên tử sử dụng được coi là thoả mãn yêu cầu nếu sau khi tối ưu hoá theo 7.3.4, giới hạn phát hiện và nồng độ đặc trưng được nhất trí chấp thuận với các giá trị do nhà sản xuất đưa ra, nếu nó đáp ứng các chỉ tiêu về độ chính xác nêu trong 5.1.1.

#### 5.1.1 Độ chụm nhỏ nhất

Tính toán độ lệch tiêu chuẩn của mười phép đo độ hấp thụ của dung dịch tiêu chuẩn có nồng độ cao nhất. Độ lệch tiêu chuẩn không được vượt quá 1,0 % độ hấp thụ trung bình.

Tính toán độ lệch tiêu chuẩn của mười phép đo độ hấp thụ với dung dịch tiêu chuẩn có nồng độ nhỏ nhất (trừ mẫu chuẩn "không"). Độ lệch tiêu chuẩn không được vượt quá 0,5 % của độ hấp thụ trung bình của dung dịch đậm đặc nhất.

Thiết bị cũng cần tuân thủ các yêu cầu bổ sung về tính hiệu quả được nêu trong 5.1.1.1 đến 5.1.1.3.

##### 5.1.1.1 Nồng độ đặc trưng

Nồng độ đặc trưng đối với niken trong một ma trận tương tự như dung dịch mẫu phân tích cuối cùng phải trội hơn so với 0,50  $\mu\text{g Ni/ml}$  đối với bước sóng 352,5 nm và phải trội hơn so với 0,10  $\mu\text{g Ni/ml}$  đối với bước sóng 232,0 nm.

##### 5.1.1.2 Giới hạn phát hiện

Giới hạn phát hiện được xác định bằng hai lần độ lệch tiêu chuẩn của 10 lần đo độ hấp thụ dung dịch chứa nguyên tố thích hợp với mức nồng độ đã chọn để có một độ hấp thụ ở ngay phía trên của mẫu chuẩn "không".

Giới hạn phát hiện của niken trong một ma trận tương tự như dung dịch mẫu phân tích cuối phải trội hơn so với 0,30  $\mu\text{g Ni/ml}$  tại bước sóng 352,5 nm và trội hơn so với 0,15  $\mu\text{g Ni/ml}$  tại bước sóng 232,0 nm.

##### 5.1.1.3 Độ tuyến tính của đồ thị

Độ dốc của đường chuẩn bao gồm 20% phạm vi nồng độ phía trên (biểu thị sự biến thiên đối sang độ hấp thụ) không được nhỏ hơn 0,7 lần giá trị độ dốc của 20 % phạm vi nồng độ phía dưới (biểu thị sự biến thiên sang độ hấp thụ) được xác định theo cùng phương pháp.

Đối với thiết bị được căn chỉnh tự động sử dụng 2 hoặc nhiều mẫu tiêu chuẩn, nó phải được thiết lập trước khi tiến hành phân tích bằng việc đo độ hấp thụ, sao cho thoả mãn các yêu cầu về độ tuyến tính của đồ thị.

## **TCVN 8499:2010**

### **5.2 Thiết bị phụ trợ**

Cần thiết trang bị một máy vẽ giản đồ hoặc thiết bị màn hình hiện số để đánh giá các chỉ tiêu trong 5.1.1 và tất cả các phép đo tiếp theo.

Thang đo mờ rộng có thể được sử dụng cho tới khi độ nhiễu quan sát thấy lớn hơn so với sai số đọc được và thường xuyên yêu cầu đối với độ hấp thụ là nhỏ hơn 0,1. Nếu thang đo mờ rộng cần được sử dụng và máy không có phương tiện đọc các trị số của hệ số thang đo mờ rộng, trị số đó có thể được tính toán bằng cách đo một dung dịch phù hợp với hoặc không thang đo mờ rộng và chia dễ dàng cho tín hiệu nhận được.

## **6 Lấy mẫu**

Lấy mẫu thép và gang theo TCVN 1811 (ISO 14284).

## **7 Cách tiến hành**

**CẢNH BÁO:** Hơi axit pecloric có thể gây nổ khi có mặt của hơi amoniac, khói nitơ hoặc chất hữu cơ nói chung.

Phải đảm bảo chắc chắn rằng hệ thống phun sương và hệ thống tiêu thoát được rửa sạch không còn axit pecloric sau khi dùng.

**CHÚ THÍCH:** Tất cả dụng cụ thủy tinh trước tiên cần được rửa trong axit clohydric,  $\rho = 1,19$  g/ml pha loãng 1+1, sau đó bằng nước. Lượng niken trong cốc và bình định mức có thể kiểm tra được bằng cách đo độ hấp thụ của nước cất cho vào dụng cụ thủy tinh sau khi rửa axit.

### **7.1 Khối lượng mẫu phân tích**

Dùng cân có độ chính xác 0,001 g, cân 1,0 g mẫu phân tích.

### **7.2 Thí nghiệm trắng**

Xác định song song và lần lượt theo cùng một cách thức xác định, tiến hành phân tích thí nghiệm trắng sử dụng cùng số lượng với tất cả các thuốc thử.

### **7.3 Tiến hành xác định**

#### **7.3.1 Chuẩn bị dung dịch mẫu phân tích**

Cho khối lượng mẫu phân tích (7.1) vào trong cốc 250 ml. Cho vào từng lượng nhỏ, 15 ml hỗn hợp axit nitric - axit pecloric (4.3), đậy cốc bằng mặt kính đồng hồ, đun nóng trên bếp điện đến khi ngừng phản ứng. Bốc hơi đến khi xuất hiện khói trắng dày đặc của axit pecloric. Tiếp tục bốc khói trong 1 min ở một nhiệt độ để có được một dòng hồi lưu khói axit pecloric ổn định phủ lên thành cốc.

**CHÚ THÍCH:** Đối với mẫu không tan ngay trong hỗn hợp axit clohydric - axit pecloric (4.3), hoà tan trước trong 10 ml hỗn hợp axit clohydric - axit nitric (4.2) trước khi thêm vào 15 ml hỗn hợp axit nitric - axit pecloric (4.3).

Để yên cho nguội, cho vào 25 ml nước và đun nóng từ từ cho tan muối. Làm nguội lần nữa và chuyển vào bình định mức 100 ml. Pha loãng bằng nước đến vạch và lắc kỹ.

Lọc bằng cách gạn qua một giấy lọc khô chày trung bình để loại bất kỳ cặn không tan hay kết tủa nào, thí dụ graphit, oxit silic hoặc axit vonfram, thu dung dịch lọc vào một cốc khô, sau khi vớt bỏ những phần dung dịch lọc đầu tiên.

Nếu hàm lượng niken dự tính của mẫu phân tích vượt quá 0,1 %, dung dịch cần được làm loãng theo cách sau:

Chuyển 20 ml dung dịch vào bình định mức 100 ml, pha loãng bằng nước đến vạch và lắc kỹ.

CHÚ THÍCH: Nếu dung dịch lọc (7.3.1.1) đã pha loãng để tạo dung dịch phân tích, thì pha loãng dung dịch thí nghiệm trắng (7.2) theo cùng một cách.

### 7.3.2 Chuẩn bị dung dịch tiêu chuẩn

Cho 10 g  $\pm$  0,01 g sắt tinh khiết (4.1) vào trong cốc 800 ml. Cho vào 100 ml hỗn hợp axit clohydric - axit nitric (4.20) và đun đến hoà tan.

Khi mẫu tan hoàn toàn, cho vào 150 ml hỗn hợp axit nitric - axit pecloric (4.3) và bốc hơi đến khi xuất hiện khói trắng dày đặc của axit pecloric. Tiếp tục bốc khói trong 1 min ở cùng một nhiệt độ để sao có được một dòng khói axit pecloric ổn định phủ trên thành cốc.

Để yên cho nguội, cho vào 100 ml nước và đun nóng từ từ cho tan muối. Làm nguội lần nữa và chuyển vào bình định mức 250 ml. Pha loãng bằng nước đến vạch và lắc kỹ.

#### 7.3.2.1 Hàm lượng niken < 0,1 % (khối lượng)

Chuyển một loạt thể tích 25 ml dung dịch sắt (7.3.2) vào các bình định mức 100 ml. Dùng pipet hoặc buret cho vào các bình định mức tương ứng với 0 (mẫu chuẩn "không"); 2,5; 5,0; 10,0; 15,0; 10,0; và 25,0 ml dung dịch tiêu chuẩn niken (4.4.2). pha loãng bằng nước đến vạch và lắc kỹ.

#### 7.3.2.2 Hàm lượng niken từ 0,1 % (khối lượng) đến 0,5 % (khối lượng)

Chuyển một loạt thể tích 5,0 ml dung dịch sắt (7.3.2) vào các bình định mức 100 ml. Dùng pipet hoặc buret cho vào các bình định mức tương ứng với 0 (mẫu chuẩn "không"); 2,5; 5,0; 10,0; 15,0; 10,0; và 25,0 ml dung dịch tiêu chuẩn niken (4.4.2). Pha loãng bằng nước đến vạch và lắc kỹ.

CHÚ THÍCH: 1 ml dung dịch niken tiêu chuẩn (4.4.2) pha loãng đến 100 ml tương đương với 0,004 % Ni trong trường hợp 7.3.2.1 và 0,02 % Ni trong trường hợp 7.3.2.2.

### 7.3.3 Điều chỉnh máy quang phổ hấp thụ nguyên tử

Xem Bảng 1.

Bảng 1

Kiểu đèn	Cathod niken rỗng
Bước sóng	352,5 hoặc 232,0 nm
Ngọn lửa	Ngọn lửa gầy nghèo axetilen-không khí, được điều chỉnh để có độ nhạy lớn nhất
Dòng điện cho đèn	Theo khuyến nghị của nhà sản xuất
Độ rộng dải phổ	Theo khuyến nghị của nhà sản xuất

Nếu không có độ rộng dải phổ yêu cầu ghi trong Bảng 1, những chỉ dẫn sau đây được đề xuất:

niken 352,5 nm – độ rộng dải phổ trong phạm vi 0,2 đến 0,4 nm

niken 232,0 nm – độ rộng dải phổ trong phạm vi 0,15 đến 0,25 nm

CHÚ THÍCH :Những khuyến nghị của nhà sản xuất thiết bị cần được thực hiện chặt chẽ và đặc biệt chú ý là những quy định về an toàn sau đây:

- Bản chất gây nổ của khí axetilen, những quy định liên quan đến việc sử dụng nó.
- Cần thiết phải che chắn mắt của nhân viên thao tác bằng kính màu.
- Cần phải giữ đầu mỏ đốt sạch sẽ không có vảy cặn do muối peclorat tạo thành, v.v... Mỏ đốt bị bít kín có thể gây nên cháy nổ.
- Phải đảm bảo ống đo khí áp kế luôn chứa nước.

### 7.3.4 Tối ưu hoá việc đặt máy quang phổ hấp thụ nguyên tử

Sau đây là những hướng dẫn của nhà sản xuất cho việc chuẩn bị thiết bị vào sử dụng.

Điều chỉnh cường độ dòng điện đèn, bước sóng, tốc độ dòng khí, thấp sáng mỏ đốt, phun nước cho tới khi có dấu hiệu ổn định.

Thiết lập trị số hấp thụ bằng 0 đối với mẫu chuẩn "không" (7.3.2.1 hoặc 7.3.2.2)

Lựa chọn cách bố trí giảm chấn hoặc tích hợp thời gian để có tín hiệu tương đối ổn định nhằm thoả mãn các yêu cầu về độ chính xác nêu trong 5.1.1.

Điều chỉnh ngọn lửa trở thành gầy nhỏ và có chiều cao mỏ đốt tới dưới đường truyền sáng 1 cm. Phun xen kẽ các dung dịch chuẩn với nồng độ cao nhất và mẫu chuẩn "không", điều chỉnh tốc độ dòng khí và vị trí mỏ đốt (ngang, đứng hoặc quay) cho đến khi hiệu số giữa độ hấp thụ giữa các dung dịch chuẩn này là lớn nhất. Hãy kiểm tra để máy có được sự lắp đặt chuẩn xác so với bước sóng yêu cầu

Đánh giá theo chỉ tiêu 5.1.1 để đảm bảo thiết bị thích hợp cho việc phân tích.



### 7.3.5 Phép đo phổ

Thang đo mở rộng được sắp xếp sao cho dung dịch tiêu chuẩn có nồng độ lớn nhất tạo độ lệch gần hết thang đo. Phun các dung dịch tiêu chuẩn theo chiều tăng tương ứng đến khi đạt độ chính xác quy định, theo cách đó mới chứng tỏ được thiết bị đã đạt được tính ổn định. Chọn hai dung dịch tiêu chuẩn, một có độ hấp thụ nhỏ hơn ngay dưới so với dung dịch mẫu phân tích và một cao hơn ngay trên. Phun những dung dịch này trước tiên theo thứ tự tăng dần, sau đó theo thứ tự giảm dần, dung dịch mẫu phân tích được coi như dung dịch trung gian trong từng trường hợp, đo độ hấp thụ so với nước. Phun toàn bộ dãy dung dịch tiêu chuẩn một lần nữa.

Thừa nhận là các phương pháp này không thể thực hiện tiếp với thiết bị tự động mà thiết bị này chỉ chấp nhận hai dung dịch tiêu chuẩn. Trong trường hợp này có một khuyến nghị là hai dung dịch "xen giữa" phải được sử dụng như tiêu chuẩn đầu nhưng chúng phải được phân tích xen kẽ với dung dịch mẫu phân tích.

Phun dung dịch tiêu chuẩn thường xuyên ở những khoảng thời gian trong suốt quá trình đo của một đợt phân tích. Phải làm sạch mỏ đốt nếu mất độ chính xác do bị tắc bần.

Ghi kết quả độ hấp thụ của từng dung dịch tiêu chuẩn.

Ghi kết quả độ hấp thụ của dung dịch mẫu phân tích và độ hấp thụ trung bình của thí nghiệm trắng.

Dùng đồ thị chuẩn (7.4), chuyển đổi độ hấp thụ của dung dịch mẫu phân tích và thí nghiệm trắng sang microgram Ni trên mililit

### 7.4 Vẽ đồ thị chuẩn

Cần phải vẽ đường chuẩn mới cho từng loạt mẫu phân tích hay đối với một phạm vi hàm lượng niken dự tính.

Trước khi vẽ đồ thị cần phải xác định nồng độ (thực hoặc tương đối) của mẫu chuẩn "không" so với loạt dung dịch tiêu chuẩn. Nồng độ nhận được bằng cách vẽ độ hấp thụ của 3 dung dịch tiêu chuẩn đầu tiên và ngoại suy đường cong theo trục nồng độ. Nồng độ biểu thị bằng microgram Ni trên mililit, được thêm vào kết quả nồng độ của dung dịch tiêu chuẩn trước khi xây dựng đường chuẩn.

Xây dựng đồ thị chuẩn bằng cách vẽ các kết quả độ hấp thụ của các dung dịch tiêu chuẩn so với hàm lượng niken biểu thị bằng microgram Ni trên mililit. Cần xem xét độ hấp thụ của hai dung dịch tiêu chuẩn liền kề. Nếu số ghi của hai dung dịch tiêu chuẩn này so với đồ thị không sai lệch nhiều hơn chỉ tiêu cho phép về độ chính xác thì khi đó số ghi của dung dịch mẫu phân tích được chấp nhận.

## TCVN 8499:2010

### 8 Tính toán kết quả

#### 8.1 Phương pháp tính

Tính hàm lượng niken (Ni), biểu thị bằng phần trăm theo khối lượng  $w_{Ni}$  (%), bằng công thức sau:

$$w_{Ni} (\%) = \frac{(\rho_0 - \rho_1) \times D \times 100}{10^6} \times \frac{100}{m}$$
$$= \frac{(\rho_0 - \rho_1) \times D}{100 \times m}$$

Trong đó:

$m$  là khối lượng mẫu thử, tính bằng gam;

$\rho_0$  là nồng độ niken trong dung dịch mẫu phân tích thu được từ đồ thị chuẩn (7.4), tính bằng microgram trên mililit;

$\rho_1$  là nồng độ niken trong dung dịch thí nghiệm trắng, tính bằng microgram trên mililit;

$D$  là hệ số pha loãng trong 7.3.1;

$\rho = 1$  đối với mẫu có hàm lượng niken dự tính là 0,1 % (khối lượng) hoặc nhỏ hơn;

$\rho = 5$  đối với mẫu có hàm lượng niken dự tính lớn hơn 0,1 % (khối lượng).

#### 8.2 Độ chụm

Việc kiểm tra độ chụm của phương pháp này đã được thực hiện bởi 6 đến 18 phòng thí nghiệm, sử dụng sáu mức niken, mỗi một phòng thí nghiệm phân tích xác định hai đến năm kết quả cho từng mức niken. Sự kiểm tra đối chứng sau đó được thực hiện từ 13 đến 19 phòng thí nghiệm, sử dụng bảy mức niken, mỗi một phòng thí nghiệm phân tích xác định hai kết quả cho từng mức niken.

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

Các dữ liệu nhận được cho thấy có sự tương quan logarit giữa hàm lượng niken và độ lặp lại và độ tái lập của kết quả mẫu phân tích, như được tóm tắt trong bảng 2, nhận được từ 10 loạt kết quả với hàm lượng niken trong khoảng 0,003 % (khối lượng) và 0,95 % (khối lượng) thích hợp với khoảng làm việc 0,002 % (khối lượng) đến 0,5 % (khối lượng) được quy định cho phương pháp này.

Bảng 2

Hàm lượng niken % (khối lượng)	Độ lặp lại $r$	Độ tái lập $R$
0,002	0,000 <sub>7</sub>	0,001 <sub>0</sub>
0,005	0,001 <sub>1</sub>	0,001 <sub>9</sub>
0,01	0,001 <sub>7</sub>	0,003 <sub>1</sub>
0,02	0,002 <sub>6</sub>	0,004 <sub>9</sub>
0,05	0,004 <sub>5</sub>	0,009 <sub>1</sub>
0,10	0,006 <sub>6</sub>	0,014 <sub>6</sub>
0,20	0,010 <sub>2</sub>	0,023 <sub>3</sub>
0,50	0,017 <sub>6</sub>	0,043 <sub>5</sub>

Hiệu số giữa hai kết quả riêng lẻ do một người phân tích tìm được trên một vật liệu thử giống hệt nhau, sử dụng cùng loại dụng cụ trong khoảng thời gian ngắn, nếu vượt quá độ lặp lại  $r$  thì so với kết quả trung bình không nhiều hơn 1 lần trong 20 trường hợp, với sự vận hành bình thường và chuẩn xác của phương pháp.

Hiệu số giữa hai kết quả độc lập và riêng rẽ do hai người phân tích ở hai phòng thí nghiệm khác nhau trên một vật liệu thử giống hệt nhau nếu vượt quá độ tái lập  $R$  thì so với kết quả trung bình không nhiều hơn 1 lần trong 20 trường hợp, với sự vận hành bình thường và chuẩn xác của phương pháp.

## 9 Báo cáo thử

Báo cáo thử phải bao gồm các nội dung sau:

- 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 các thử nghiệm có sự hợp tác quốc tế**

Bảng 2 được lấy từ kết quả phân tích đối chứng quốc tế đã tiến hành trên ba mẫu thép (5 quốc gia do 18 phòng thí nghiệm thực hiện), năm mẫu gang (Pháp có 14 đến 19 phòng thí nghiệm) và 2 mẫu thép (Hà lan có 6 đến 7 phòng thí nghiệm), cụ thể là 10 mẫu tất cả.

Kết quả đối chứng quốc tế được báo cáo trong tài liệu 17/1 N 432, tháng 7 năm 1981 và kết quả của Pháp trên mẫu gang được báo cáo trong tài liệu 17/1 N 546 tháng 10 năm 1982. Đồ thị biểu diễn các dữ liệu về chụm được nêu trong Phụ lục B.

Các mẫu phân tích sử dụng được nêu trong Bảng 3

**Bảng 3**

<b>Mẫu</b>	<b>Hàm lượng niken % (khối lượng)</b>
BCS 260/4 (sắt độ tinh khiết cao)	0,003
EURO 077-1 (thép cacbon thường)	0,031
BCS 431 (thép cacbon thường)	0,069
E 80 (gang)	0,070
C 82 (gang hợp kim thấp)	0,080
C 79 (gang hợp kim thấp)	0,112
EURO 278/1 (thép Cr-Mo)	0,236
A 80 (gang hợp kim thấp)	0,329
A 82 (gang hợp kim thấp)	0,423
BCS 341 (thép 24 % Cr)	0,56-

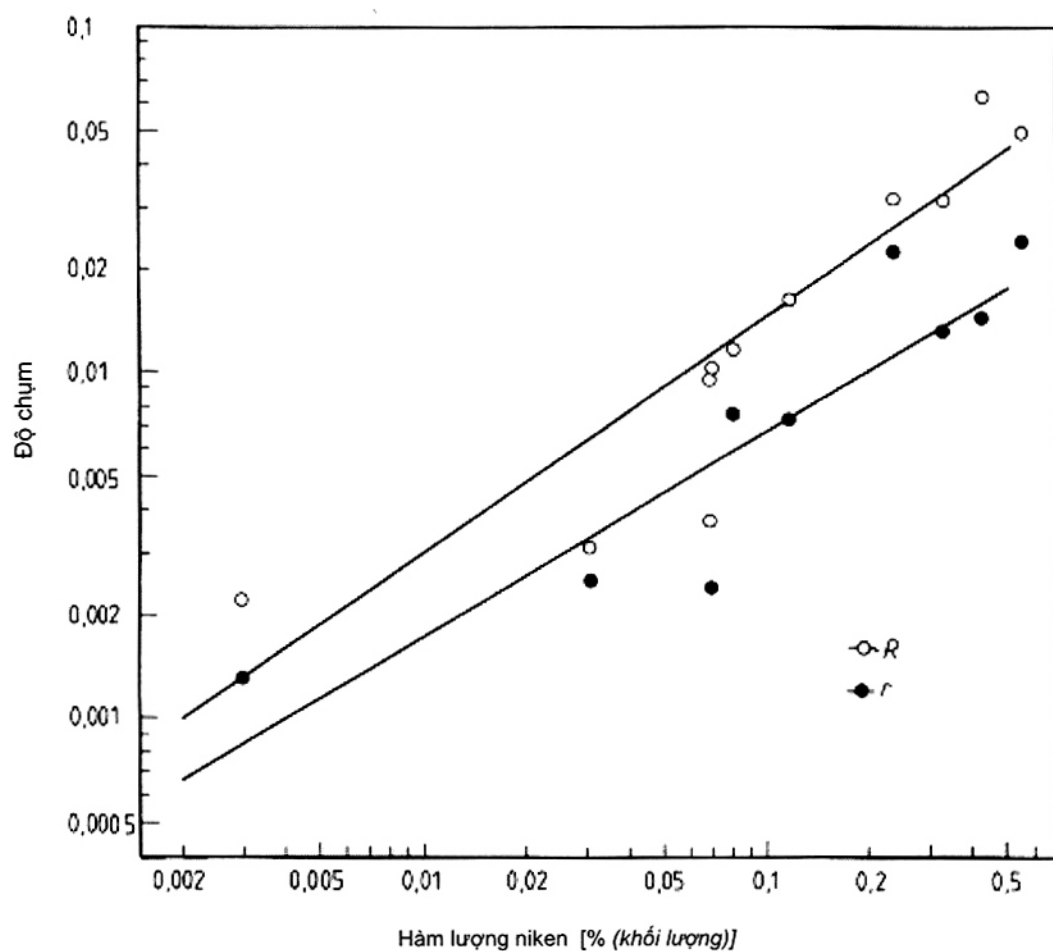
**CHÚ THÍCH**

Phân tích thống kê được thực hiện theo TCVN 6910 (ISO 5725)

## 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 niken và độ lặp lại  $r$ , hoặc độ tái lập  $R$