

# TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 1811: 2009

ISO 14284 : 1996

THÉP VÀ GANG – LẤY MẪU VÀ CHUẨN BỊ MẪU THỬ ĐỂ XÁC ĐỊNH THÀNH PHẦN HÓA HỌC

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

## Lời nói đầu

TCVN 1811:2009 thay thế TCVN 1811:1976

TCVN 1811:2009 hoàn toàn tương đương với ISO 14284:1996.

TCVN 1811:2009 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 – LẤY MẪU VÀ CHUẨN BỊ MẪU THỬ ĐỂ XÁC ĐỊNH THÀNH PHẦN HÓA HỌC

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

### 1. Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp lấy mẫu và chuẩn bị mẫu thử để xác định thành phần hóa học của thép, gang đúc và gang. Các phương pháp được qui định sử dụng cho cả kim loại lỏng và rắn.

### 2. Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau cần thiết đối với việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với 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 (kể cả các sửa đổi)

TCVN 4398 (ISO 377), Thép và sản phẩm thép – Vị trí mẫu và mẫu thử cơ tính.

ISO 9147 : 1987, Pig-irons – Definition and classification. (Gang thổi – Định nghĩa và phân loại).

### 3. Định nghĩa

Tiêu chuẩn này áp dụng các định nghĩa sau đây.

#### 3.1. Phương pháp phân tích hóa học (*chemical method of analysis*)

Phương pháp để xác định thành phần hóa học trong đó mẫu có tham gia phản ứng hóa học.

#### 3.2. Phương pháp phân tích vật lý (*physical method of analysis*)

Phương pháp để xác định thành phần hóa học trong đó mẫu không tham gia quá trình phản ứng hóa học, ví dụ như phương pháp đo sự phát xạ quang phổ, phương pháp đo huỳnh quang tia X.

#### 3.3. Phương pháp phân tích nhiệt (*thermal method of analysis*)

Phương pháp để xác định thành phần hóa học trong đó mẫu tham gia một quá trình nung nóng, đốt cháy hoặc nấu chảy.

#### 3.4. Mẻ luyện (*melt*)

Kim loại lỏng mà mẫu được lấy từ đó.

#### 3.5. Lấy mẫu bằng gáo (*spoon sampling*)

Phương pháp lấy mẫu từ mẻ luyện, hoặc trong khi rót mẻ luyện, sử dụng gáo cán dài, và rót vào một khuôn đúc nhỏ.

#### 3.6. Mẫu đúc bằng gáo (*spoon sample*)

Mẫu được lấy từ mẻ luyện sử dụng gáo và đúc vào một khuôn nhỏ.

#### 3.7. Lấy mẫu bằng đầu dò (*probe sampling*)

Phương pháp lấy mẫu từ mẻ luyện bằng máy lấy mẫu chuyên dùng gắn trong mẻ luyện.

#### 3.8. Lấy mẫu nhúng (*immersion sampling*)

Phương pháp lấy mẫu bằng đầu dò, đầu dò này được nhúng vào mẻ luyện, kim loại mỏng sẽ điền đầy bộ phận chứa mẫu nhờ áp suất hoặc trọng lực.

#### 3.9. Lấy mẫu trong chân không (*suction sampling*)

Phương pháp lấy mẫu bằng đầu dò, máy được nhúng vào mẻ luyện, kim loại mỏng sẽ điền đầy bộ phận chứa mẫu nhờ lực hút chân không.

### **3.10. Lấy mẫu theo dòng (stream sampling)**

Phương pháp lấy mẫu bằng dụng cụ lấy mẫu chuyên dùng được đặt vào dòng kim loại lỏng, kim loại lỏng điền đầy hộp mẫu nhờ lực dòng chảy.

### **3.11. Mẫu đầu dò (probe sample)**

Mẫu được lấy từ mẻ luyện bằng máy lấy mẫu chuyên dùng.

### **3.12. Sản phẩm đúc (cast product)**

Chi tiết gang hoặc thép chưa qua biến dạng, ví dụ như, thỏi đúc, phôi bán thành phẩm thu được từ đúc liên tục, vật đúc định hình.

### **3.13. Sản phẩm gia công áp lực (wrought product)**

Chi tiết thép qua biến dạng cán, kéo, rèn hoặc các phương pháp khác, ví dụ như thanh, phôi cán nhỏ, tấm, băng, ống, dây.

### **3.14**

### **Sản phẩm mẫu (sample product)**

Các sản phẩm của gang hoặc thép được chọn từ số lượng sản phẩm cung cấp để lấy mẫu thử.

### **3.15. Mẫu ban đầu (preliminary sample)**

Số lượng kim loại đủ được lấy từ sản phẩm mẫu để tạo ra một hoặc nhiều mẫu thử cho phân tích.

### **3.16. Mẫu để phân tích (sample for analysis)**

Một phần sản phẩm mẫu, hoặc một phần sản phẩm mẫu ban đầu được lấy từ sản phẩm mẫu, hoặc một phần mẫu được lấy từ mẻ luyện, để tiến hành phân tích.

Mẫu để phân tích có thể bao gồm sản phẩm mẫu hoặc lấy từ mẻ luyện.

CHÚ THÍCH: Các loại mẫu sau đây để phân tích là đặc trưng:

- mẫu sỡ dạng một khối rắn;
- mẫu đã từng nấu chảy lại;
- mẫu ở dạng phoi thu được bằng gia công cơ;
- mẫu ở dạng các mảnh nhỏ thu được bằng nghiền nhỏ;
- mẫu ở dạng bột thu được bằng nghiền nhỏ.

### **3.17. Phần mẫu thử (test portion)**

Phần mẫu để phân tích, hoặc phần mẫu được lấy từ mẻ luyện, dùng để phân tích. Trong trường hợp cụ thể, phần mẫu thử có thể lấy từ sản phẩm mẫu.

CHÚ THÍCH 1: Các loại phần mẫu thử riêng sau đây ở dạng một khối rắn thu được từ một mẫu bằng dụng cụ lấy mẫu chuyên dùng:

- phần mẫu thử ở dạng tròn hình đĩa nhỏ, thường được miêu tả như là phôi rèn, thu được bằng cách đập;
- phần mẫu thử ở dạng phần phụ nhỏ, thường được miêu tả như là phôi rèn;
- phần mẫu thử ở dạng que đường kính nhỏ, thường được miêu tả như là chốt, thu được bằng cách cắt.

CHÚ THÍCH 2: Khi mẫu để phân tích ở dạng phoi hoặc bột, hoặc khi mẫu ở dạng khối rắn thì phân tích bằng phương pháp nhiệt, phần mẫu thử được lấy theo phương pháp cân. Trong trường hợp phương pháp vật lý, thì phần thực tế để phân tích sẽ chỉ tạo thành một đồng mẫu nhỏ để phân tích. Trong phương pháp đo sự phát xạ quang phổ, khối kim loại được phá hủy bằng cách phóng điện khoảng 0,5 mg đến 1 mg; trong phương pháp đo huỳnh quang tia X, đặc điểm bức xạ xảy ra từ một lớp bề mặt rất mỏng của mẫu thử.

### **3.18. Mài (grinding)**

Phương pháp chuẩn bị bề mặt mẫu trước khi phân tích vật lý bằng cách mài phẳng bề mặt mẫu bằng đá mài dạng đĩa.

### **3.19. Đánh bóng (finishing)**

Phương pháp chuẩn bị bề mặt mẫu trước khi phân tích vật lý bằng cách đánh bóng bề mặt mẫu trên đĩa quay mềm hay băng liên tục có rắc bột mài bóng.

### 3.20. Phay (milling)

Phương pháp tạo mẫu dạng phôi hoặc chuẩn bị bề mặt mẫu trước khi phân tích vật lý bằng gia công cơ khí với dao cắt nhiều lưỡi cắt quay tròn.

### 3.21. Lô hàng (consignment)

Số lượng kim loại được giao hàng trong một lần.

### 3.22. Lượng dôi làm mẫu kiểm (increment)

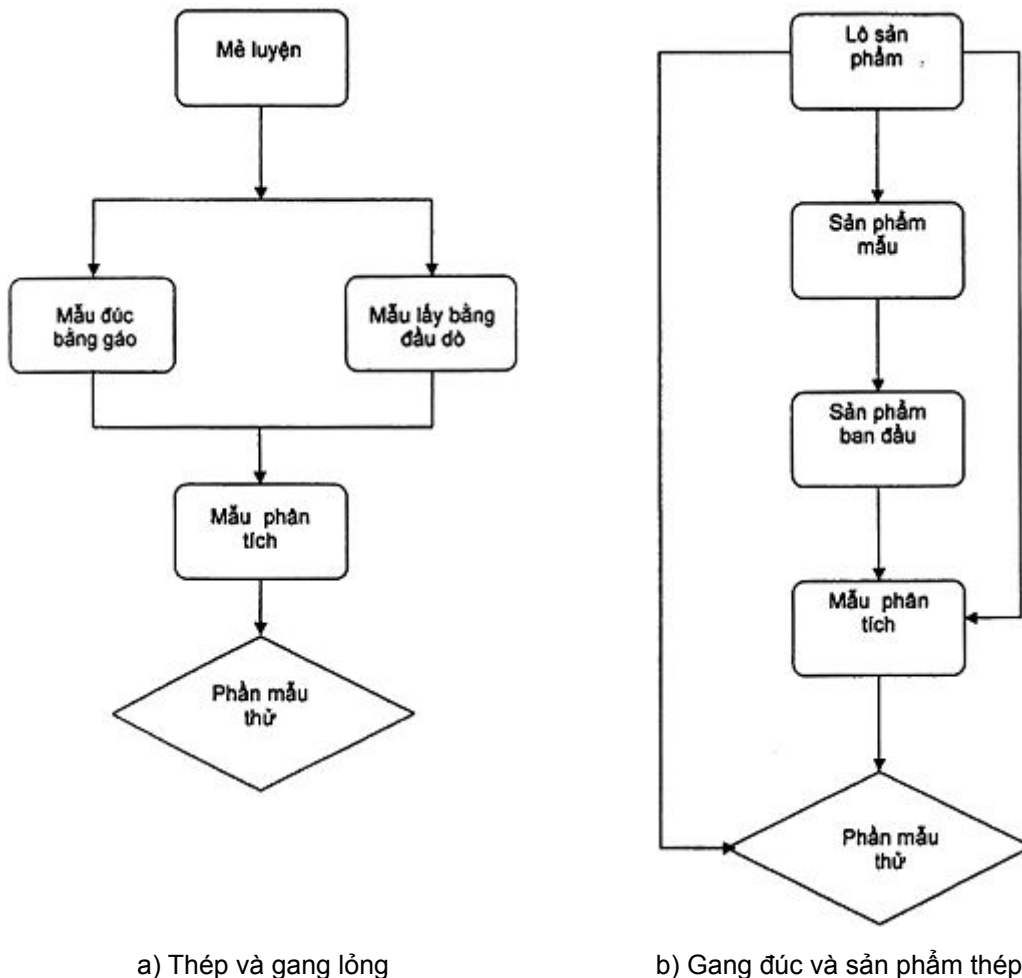
Số lượng kim loại để lấy làm mẫu kiểm trong lô hàng một lần giao.

## 4. Yêu cầu lấy mẫu và chuẩn bị mẫu

### 4.1. Yêu cầu chung

Điều này bao gồm các yêu cầu chung về mẫu, lấy mẫu và chuẩn bị mẫu gang và thép. Các yêu cầu riêng áp dụng cho từng loại kim loại lỏng và rắn và chúng được nêu trong các điều kiện có liên quan sau đây.

Trình tự lấy mẫu và chuẩn bị mẫu thép và gang lỏng, các sản phẩm thép và gang đúc được nêu trong Hình 1. Những lưu ý riêng áp dụng cho thỏi gang (xem Điều 8).



Hình 1 – Thứ tự lấy mẫu và chuẩn bị mẫu

## 4.2. Mẫu

### 4.2.1. Chất lượng

Mẫu được lấy phải đảm bảo tính tiêu biểu về thành phần hóa học của mẻ luyện hoặc sản phẩm mẫu.

Mẫu phân tích phải đồng nhất về thành phần hóa học, sự không đồng nhất phải là không đáng kể để tránh gây sai số cho phương pháp phân tích. Tuy nhiên, trong trường hợp mẫu được lấy từ mẻ luyện, không thể tránh được một số dao động trong kết quả phân tích giữa hai lần phân tích và giữa các lần phân tích, sự dao động này thể lặp lại hoặc không lặp lại trong phân tích.

Mẫu phân tích phải không bị mạ bề mặt, hơi ẩm, bẩn, hoặc các dạng nhiễm bẩn khác.

Mẫu phân tích cần hạn chế tối đa khuyết tật, nứt vỡ, bavia, nhân hoặc các khuyết tật bề mặt khác.

Trong trường hợp mẫu lấy từ mẻ luyện không có cách nào tránh khỏi sự không đồng nhất thành phần và sự nhiễm bẩn thì việc lựa chọn và lấy mẫu phải tiến hành trên các chi tiết.

Mẫu lấy từ mẻ luyện phải được làm nguội thích hợp để tất cả các mẫu có thành phần và tổ chức kim tương thích hợp theo yêu cầu thử.

Điều này là quan trọng đối với một số phương pháp phân tích vật lý, vì có thể ảnh hưởng từ tổ chức kim loại của mẫu, đặc biệt là trong trường hợp gang trắng và gang xám, và trong trường hợp thép ở các trạng thái đúc và rèn.

#### **4.2.2. Kích thước**

Kích thước của mẫu ban đầu ở dạng một khối rắn phải đủ để có thể phân tích lại bằng phương pháp khác khi cần thiết.

Mẫu phân tích phải được chuẩn bị đủ khối lượng để cung cấp cho bất cứ phân tích lại nào cần thiết. Thông thường, khối lượng 100 g sẽ đủ cho một mẫu ở dạng phôi hoặc bột.

Kích thước yêu cầu đối với một mẫu phân tích ở dạng khối rắn tùy thuộc vào phương pháp được chọn để phân tích. Trong trường hợp phương pháp đo sự phát xạ quang phổ và đo huỳnh quang tia X, thì hình dạng và kích thước của mẫu được xác định bằng kích thước của mẫu phân tích nêu trong tiêu chuẩn này được xem như chỉ để trình bày.

#### **4.2.3. Sự nhận dạng**

Mẫu phân tích phải được qui định sự nhận dạng duy nhất để xác định mẻ luyện của sản phẩm từ nơi mà nó vừa được đưa đến và nếu cần thiết có thể xác định các trạng thái gia công của mẻ luyện hoặc vị trí mẫu ban đầu hoặc mẫu phân tích trong sản phẩm mẫu.

Mẫu phân tích của thỏi gang phải được qui định sự nhận dạng duy nhất để xác định lô hàng gửi đi hoặc phần của lô hàng gửi đi và lượng dôi giao hàng từ nơi mà nó vừa được đưa đến.

Ghi nhãn hoặc một số phương pháp ghi nhãn phải được sử dụng để đảm bảo sự nhận dạng còn liên kết trên mẫu phân tích.

Sự nhận dạng, tình trạng và trạng thái của mẫu phải được ghi lại để đảm bảo không thể xảy ra nhầm lẫn giữa nhận dạng của phần để phân tích với biên bản chỉ dẫn.

#### **4.2.4. Sự bảo quản**

Phải cung cấp điều kiện cất giữ thích hợp để đặt cách ly và bảo vệ mẫu phân tích. Trong và sau khi chuẩn bị, mẫu thử phải được bảo quản để tránh sự làm bẩn hoặc thay đổi thành phần hóa học.

Cho phép giữ mẫu ban đầu ở dạng khối rắn và mẫu phân tích có thể được chuẩn bị khi được yêu cầu.

Mẫu phân tích hoặc mẫu ban đầu ở dạng khối rắn, phải được giữ ở trạng thái nguyên vẹn trong thời gian đủ để thí nghiệm.

#### **4.2.5. Sự đối chứng**

Trong trường hợp mẫu dùng để đối chứng, mẫu phân tích phải được cả nhà cung cấp và khách hàng hoặc đại diện của họ cùng chuẩn bị. Bản báo cáo phải lưu giữ phương pháp được sử dụng để chuẩn bị mẫu phân tích.

Các hộp mẫu để phân tích dùng để đối chứng phải được các bên hoặc đại diện của họ tham gia bịt kín. Trừ khi có thỏa thuận khác, các hộp này phải được đại diện của mỗi bên chịu trách nhiệm giữ để chuẩn bị mẫu.

### **4.3. Lựa chọn mẫu**

#### **4.3.1. Mẫu lấy từ mẻ luyện**

Mẻ luyện được lấy mẫu tại các giai đoạn khác nhau theo qui trình sản xuất để kiểm tra và điều chỉnh phương pháp sản xuất. Mẫu có thể được lấy trong khi rót đúc để kiểm tra thành phần hóa học theo đặc điểm kỹ thuật của sản phẩm đúc. Trong trường hợp kim loại lỏng dùng để sản xuất vật đúc, mẫu phân tích có thể lựa chọn từ các thanh hoặc các khối thử đúc riêng từ cùng mẻ luyện để thử cơ tính theo tiêu chuẩn sản phẩm.

Lấy mẫu trong các mẻ luyện phải được định rõ, cung cấp mẫu trong một qui trình sản xuất riêng theo các yêu cầu chất lượng mẫu (xem 4.2.1). Mẫu được lấy từ một mẻ luyện thường ở dạng thỏi nhỏ, khối hình trụ hoặc hình chữ nhật, hình đĩa đúc trong khung kim loại hoặc dạng một hoặc dạng nhiều hình đĩa gắn với nhau bằng kẹp; trong một số trường hợp các gờ nhỏ được gắn với một mẫu hình đĩa.

CHÚ THÍCH 1: Một số nhà cung cấp vẫn sử dụng lấy mẫu bằng dụng cụ lấy mẫu với gang và thép lỏng; đặc điểm chính của các dụng cụ lấy mẫu khác nhau được phân biệt trong phụ lục A và B, các kích thước chỉ để tham khảo.

#### **4.3.2. Mẫu lấy từ sản phẩm**

Mẫu ban đầu hoặc mẫu phân tích có thể lựa chọn từ sản phẩm mẫu tại vị trí được đánh dấu trong đặc điểm kỹ thuật sản phẩm đối với sự lựa chọn vật liệu để thử tính cơ, nếu có thể.

Trong trường hợp vật đúc bằng gang, mẫu phân tích có thể được lựa chọn từ một thanh hoặc đậu rót trên vật đúc.

Trong trường hợp là chi tiết rèn, mẫu phân tích có thể được lựa chọn từ vật liệu ban đầu bắt đầu rèn, hoặc từ nơi kéo dài của thỏi rèn hoặc từ các thỏi rèn bổ sung.

Trong trường hợp thiếu các yêu cầu nêu trong tiêu chuẩn sản phẩm hoặc đặc điểm kỹ thuật khi đặt hàng, thì mẫu phân tích có thể theo thỏa thuận giữa người cung cấp và khách hàng, lựa chọn từ mẫu dùng để thử cơ tính hoặc từ mẫu thử, hoặc trực tiếp từ sản phẩm mẫu.

Mẫu ban đầu hoặc mẫu phân tích có thể được lấy từ sản phẩm mẫu bằng gia công cắt gọt hoặc bằng việc sử dụng mỏ cắt. Đặc biệt lưu ý khi áp dụng trong trường hợp lấy mẫu để xác định chính xác các nguyên tố.

#### **4.4. Chuẩn bị mẫu**

##### **4.4.1. Chuẩn bị ban đầu**

Nếu bất cứ phần nào của mẫu có khả năng không mang tính đại diện về thành phần hóa học, ví dụ như do bị ôxy hóa, thì có thể được thỏa thuận nghiên cứu để chứng minh bản chất và mức độ của bất cứ sự thay đổi thành phần nào và loại bỏ các phần đã bị thay đổi này của mẫu. Sau đó mẫu phải được bảo quản tránh bất cứ sự thay đổi thành phần nào.

Nếu cần thiết, bề mặt của kim loại phải được gia công bằng phương pháp thích hợp để tẩy bỏ bất cứ lớp phủ nào trên bề mặt gây ra trong khi sản xuất. Có thể tẩy nhẵn bề mặt kim loại bằng dung môi thích hợp, phải thực hiện cẩn thận để đảm bảo không ảnh hưởng đến tính chính xác của phân tích.

##### **4.4.2. Mẫu phân tích ở dạng phoi**

Mẫu phân tích gồm những phoi có kích thước và hình dạng đều. Việc này có thể đạt được bằng các phương pháp gia công cơ khí: khoan, phay, tiện, hàn hoặc dập. Phoi không được lấy từ mẫu đã bị ảnh hưởng bởi nhiệt của mỏ cắt.

Dụng cụ, máy và hộp được sử dụng trong khi chuẩn bị mẫu phải được làm sạch trước khi dùng nhằm ngăn chặn bất cứ sự gây bẩn nào lên mẫu phân tích.

Việc cắt phoi phải thực hiện sao cho phoi không bị quá nhiệt, điều này có thể thấy được bằng sự thay đổi màu sắc (màu xanh hoặc màu đen) của phoi. Trường hợp màu sắc của phoi có được từ một số loại thép hợp kim, ví dụ như thép mangan và thép austenit, có thể giảm thiểu bằng sự lựa chọn dụng cụ và tốc độ cắt thích hợp.

Nhiệt luyện có thể được yêu cầu để làm mềm mẫu cho cắt phoi.

Sử dụng môi trường làm nguội trong khi cắt phoi chỉ cho phép trong các trường hợp đặc biệt; sau đó phoi phải được làm sạch trong dung môi thích hợp mà không để lại bất cứ chất kết tủa nào.

Phoi phải được trộn toàn bộ trước khi cân mẫu. Đối với phần lớn các mục đích, phương pháp rung hộp trên một mặt ngang và/hoặc sự chảy rớt nhẹ hộp là phương pháp trộn phoi tốt.

##### **4.4.3. Mẫu phân tích ở dạng bột hoặc các mảnh vỡ**

Nếu khi không thể thực hiện việc khoan mẫu để thu phoi, thì phải cắt hoặc bẻ thành các mẫu nhỏ. Các mẫu này sau đó phải được nghiền bằng cối giã hoặc máy nghiền rung hoặc đĩa nghiền hoặc vòng nghiền để thu được mẫu phân tích ở dạng bột, toàn bộ bột lọt qua kích thước mắt sàng được qui định.

Khi sử dụng phương pháp phân tích nhiệt xác định các bon, mẫu phải được nghiền nhỏ trong cối nghiền bằng thép để thu được mẫu phân tích ở dạng mảnh vụn với kích thước mảnh vụn trong phạm vi xấp xỉ 1 mm đến 2 mm.

Thiết bị được sử dụng khi nghiền phải được làm từ vật liệu không làm thay đổi thành phần mẫu. Khi cần thiết phải có các phép thử thích hợp để chỉ ra rằng thiết bị đó không làm ảnh hưởng đến thành phần mẫu phân tích trong bất cứ trường hợp nào.

Không được sử dụng nguyên công nghiền trong chuẩn bị mẫu gang graphit.

Thao tác sàng phải làm hết sức cẩn thận, tránh nhiễm bẩn hoặc mất mát vật liệu. Khi sàng vật liệu cứng, cần tránh làm hư hỏng mặt sàng.

Mẫu phân tích phải đồng đều trước khi cân một phần thử. Bột có thể làm đồng đều bằng cách khuấy trộn.

**CẢNH BÁO – Kích thước hạt kim loại nhỏ mịn nhỏ hơn hoặc xấp xỉ bằng 150  $\mu\text{m}$  có thể xảy ra rỉ ro về cháy. Cần đảm bảo có sự thông gió thích hợp trong khi nghiền.**

##### **4.4.4. Mẫu phân tích ở dạng khối rắn**

#### 4.4.4.1. Lựa chọn mẫu phân tích

Mẫu phân tích thu được bằng cắt, từ sản phẩm mẫu hoặc mẫu ban đầu, kích thước và hình dạng mẫu thích hợp cho phương pháp phân tích. Mẫu được cắt bằng cưa, cắt bằng mài, cắt bằng kéo hoặc khoan.

Trong trường hợp không có bất cứ hướng dẫn nào trong tiêu chuẩn sản phẩm, phân tích bằng phương pháp vật lý phải được thực hiện trên phần mẫu tương ứng với mặt cắt ngang của sản phẩm, nếu vật liệu được cung cấp có đầy đủ chiều dày.

#### 4.4.4.2. Chuẩn bị bề mặt mẫu phân tích

Mẫu phân tích phải được chuẩn bị để lộ ra bề mặt thích ứng cho phương pháp phân tích. Chuẩn bị bề mặt để phân tích không được thực hiện trên bất cứ phần nào của mẫu thử đã bị ảnh hưởng nhiệt từ mô cắt. Thiết bị sử dụng để chuẩn bị mẫu phải được thực hiện trên bất cứ phần nào của mẫu phải được thiết kế sao cho giảm thiểu được sự quá nhiệt lên mẫu thử, ở nơi thích ứng phải lắp hệ thống làm nguội.

Bốn loại thiết bị chủ yếu được sử dụng để chuẩn bị bề mặt có thể là:

a) Máy phay có khả năng loại bỏ chiều dày kim loại chọn trước bằng cách cắt hớt nhiều lần, để sử dụng phương pháp này mẫu phải có độ cứng thích hợp cho phay. Nếu có yêu cầu, thiết bị có thể gia công được lấy từ mẻ luyện khi mẫu vẫn còn nóng.

b) Máy mài với một điểm kẹp chặt, đầu quay hoặc dao động có khả năng loại bỏ chiều dày kim loại cho trước bằng cách mài nhiều lần.

c) Máy mài phẳng với bánh mài nhám, hoặc với băng mài liên tục có thể sử dụng để chuẩn bị bề mặt mẫu phân tích ở các cấp độ mài khác nhau.

d) Máy phun cát, phun hạt kim loại bằng khí nén, có thể sử dụng trong những ứng dụng riêng để làm sạch bề mặt mẫu phân tích hoặc một phần thử.

Sau khi chuẩn bị, bề mặt của mẫu phân tích phải phẳng và không có các khuyết tật làm ảnh hưởng đến độ chính xác của phân tích.

Sự cắt gọt và chuẩn bị bề mặt có thể thực hiện hoặc bằng tay hoặc tự động. Trong trường hợp mẫu lấy từ mẻ luyện, có thể sử dụng phương pháp thương mại có sẵn để thực hiện từng giai đoạn chuẩn bị tự động. Các phương pháp chuẩn bị tự động bề mặt mẫu đầu dò có bậc (xem A.2.3.c) trong Phụ lục A), đối với khoan lỗ phôi tạo hình các phần mẫu thử, có thể lắp vào dụng cụ phun cát làm sạch mẫu nhiệt luyện làm mềm mẫu trước khi khoan.

Bột mài được sử dụng trong công đoạn cuối của chuẩn bị mẫu phân tích phải được lựa chọn sao cho tránh tạp chất bề mặt với các nguyên tố đã được xác định bằng phương pháp phân tích. Kích thước hạt mài phải tuân theo bề mặt được yêu cầu hoàn thiện cho phương pháp phân tích.

Trong phương pháp đo sự phát xạ quang phổ, bột mài với loại hạt 60 đến hạt 120 là thích hợp. Trong phương pháp đo huỳnh quang tia X, phải đảm bảo chắc chắn rằng phương pháp chế tạo bề mặt được lựa chọn đảm bảo kết quả thử nghiệm có tính lặp lại tốt. Phương pháp không được làm nhiễm bẩn bề mặt mẫu.

Ảnh hưởng của vật liệu mài tùy thuộc vào phương pháp phân tích. Khi sử dụng phương pháp đo sự phát xạ quang phổ, thì trước khi phát xạ thường làm sạch bề mặt mẫu phân tích bằng cách làm bay hơi bất cứ tạp chất mài nào. Tuy nhiên, việc cẩn thận trong thao tác cụ thể là yêu cầu để bề mặt tránh nhiễm bẩn khi sử dụng một đĩa mài mới.

Khi sử dụng phương pháp đo huỳnh quang tia X, toàn bộ các bước chuẩn bị bề mặt phải được kiểm tra khả năng nhiễm bẩn của bề mặt.

Mẫu phân tích phải được kiểm tra bằng mắt sau khi chuẩn bị để xác minh rằng bề mặt không có vật lạ và không có khuyết tật; mẫu phải được làm lại bề mặt hoặc bị loại bỏ nếu có khuyết tật. Mẫu phân tích phải được làm khô và bảo quản để bảo vệ bề mặt đã chuẩn bị khỏi bị nhiễm bẩn.

#### 4.4.5. Chuẩn bị mẫu phân tích bằng nấu lại

Mẫu ở dạng mảnh nhỏ hoặc phoi, hoặc một phần sản phẩm mẫu, có thể được nấu chảy lại bằng thiết bị nấu chảy sẵn có trong khí argon. Mẫu được tạo thành những đĩa có đường kính 40 mm đến 30 mm và chiều dày 6 mm thích hợp để phân tích bằng phương pháp vật lý. Một số loại thiết bị nấu lại có kèm theo bộ phận đúc li tâm mẫu dạng đĩa.

Thất thoát cục bộ một số nguyên tố phải được kiểm tra trong quá trình nấu lại. Điều đó là cần thiết để đảm bảo rằng bất cứ sự bay hơi chọn lọc nào hoặc sự tách ly các nguyên tố hoặc bất cứ sự thay đổi thành phần khác, cần phải biết số lượng và xác định không ảnh hưởng đáng kể đến kết quả phân tích. Phép thử thích hợp phải được bất cứ sự thay đổi thành phần nào dù chỉ là lượng nhỏ và kết quả phân tích có tính lặp lại.

Thiết bị sử dụng và phương pháp được chấp nhận để nấu chảy lại phải được thiết kế nhằm ngăn cản hoặc giảm thiểu sự thay đổi toàn phần và đảm bảo rằng sự thay đổi có tính lặp lại. Chất khử oxy, ví dụ như 0,1 % (theo khối lượng) zirconium (Zr), được sử dụng trong khi nấu chảy lại. Phương pháp sử dụng để chuẩn hóa phép đo phân tích phải đưa ra để tính toán bất cứ sự thay đổi nào.

Không phải toàn bộ kim loại đen có thể nấu chảy lại theo phương pháp này. Phương pháp này không được sử dụng đối với chuẩn bị mẫu để xác định nguyên tố được coi là quan trọng và sự biến đổi thành phần không có tính lặp lại khi nấu lại.

#### **4.5. Các biện pháp phòng ngừa**

##### **4.5.1. Bảo vệ cá nhân**

Trang bị bảo vệ cá nhân phải được cung cấp để giảm thiểu tai nạn trong các phương pháp lấy mẫu và chuẩn bị mẫu thử. Trang bị bảo vệ cá nhân phải bao gồm quần áo bảo hộ, bảo vệ tay và tấm che mặt chắn bụi, bắn tóe, để sử dụng khi lấy mẫu kim loại lỏng. Trang bị bảo vệ cá nhân cũng phải bao gồm quần áo bảo hộ, bảo vệ tay, mắt và tai, để sử dụng khi lấy mẫu và chuẩn bị mẫu kim loại rắn; và bộ lọc phòng hơi độc để sử dụng khi cần thiết.

##### **4.5.2. Thiết bị**

Thiết bị sử dụng để lấy mẫu và chuẩn bị mẫu phải theo tiêu chuẩn quốc gia phù hợp. Các nguyên công mài để chuẩn bị bề mặt có thể được qui định trong phương pháp chuẩn quốc gia.

##### **4.5.3. Các chất nguy hiểm độc hại**

Phải tuân theo qui định quốc gia với vấn đề sử dụng dung môi để làm sạch và sấy khô mẫu và các phần mẫu thử.

### **5. Gang lỏng dùng để sản xuất thép và sản xuất gang thổi**

#### **5.1. Qui định chung**

Các phương pháp sau đây được áp dụng để lấy mẫu gang lỏng trong lò cao để sản xuất thép, và thường được mô tả như là kim loại nóng chảy hoặc đối với thổi gang đúc. Gang lỏng thường được lấy mẫu bằng gáo tại máng ra gang của mẻ luyện lò cao hoặc từ các thùng vận chuyển, hoặc trong quá trình xử lý lần hai trong gầu rót, hoặc trong quá trình rót đúc thổi gang.

Thành phần hóa học của gang có thể dao động trong quá trình ra gang từ lò cao. Hai hoặc nhiều mẫu thử phải được lấy từ mẻ luyện tại các thời điểm xác định và lấy kết quả phân tích trung bình.

Khi sử dụng phương pháp phân tích vật lý, phương pháp lấy mẫu từ kim loại lỏng phải có phương án làm nguội thích hợp để đảm bảo tổ chức kim tương của mẫu phù hợp với các yêu cầu của phương pháp phân tích được lựa chọn.

#### **5.2. Lấy mẫu bằng gáo**

##### **5.2.1. Phương pháp**

Lấy mẫu từ một mẻ luyện bằng cách nhúng một gáo thép đã được nung nóng vào mẻ luyện và lấy đầy gang lỏng. Lấy gáo ra và loại bỏ xỉ bằng cách hớt, xả trên bề mặt gang lỏng trong gáo.

Lấy mẫu từ dòng chảy bằng cách đưa một gáo thép đã được nung nóng vào dòng chảy từ gầu rót và để gang lỏng chảy đầy gáo.

Đổ gang lỏng từ gáo vào khuôn đúc kim loại ngay tức thời để tránh gang bị nguội. Lấy mẫu từ khuôn và đập sạch đầu ngót.

Khuôn rót đúc mẫu gang lỏng phải được làm nguội với tốc độ nguội theo yêu cầu; nếu cần thiết, khuôn phải được làm mát bằng không khí trước khi sử dụng. Khuôn không được có hơi ẩm.

Mẫu dạng đĩa, thường mô tả như là mẫu hình nêm, có thể thu được bằng việc sử dụng khuôn thép hai nửa; mẫu tiêu biểu có đường kính từ 35 mm đến 40 mm và chiều dày biến đổi từ 6 mm đến 12 mm. Hai nửa khuôn đúc được ngàm với nhau trong khi sử dụng; một nửa là tấm dày nguội phẳng, nửa còn lại là khối chứa lòng khuôn. Góc trong lòng khuôn có thể được làm côn, ví dụ như, từ 38 mm đến 32 mm, để lấy mẫu ra khỏi khuôn đúc dễ dàng. Mẫu hình nêm có thể đúc dọc hoặc ngang trong khuôn đúc.

Mẫu hình nêm có một hoặc nhiều chốt gắn có thể thu được bằng việc sử dụng một khuôn đúc loại kết hợp. Các chốt có thể cắt rời bằng các đĩa mài để sử dụng, nếu yêu cầu, ví dụ làm mẫu phân tích bằng phương pháp nhiệt (Một khuôn đúc loại kết hợp để sử dụng với gang lỏng dùng cho sản xuất gang đúc được nêu trong Hình 2).

Mẫu dạng tấm mỏng có một đầu được vê tròn có thể thu được bằng việc sử dụng một khuôn đúc hai nửa bằng thép hoặc gang; mẫu tiêu biểu có kích thước 70 mm x 35 mm với chiều dày 4 mm. Hai nửa khuôn đúc được tạo côn ở đầu để nối với một đầu của rãnh dẫn và được kẹp chặt với nhau trong khi sử dụng. Loại khuôn đúc này có thể được ưu tiên để sử dụng gang lỏng có tỷ lệ phần trăm cacbon cao.

## 5.2.2. Bảo dưỡng thiết bị

Đây là việc rất cần thiết để giữ cho gáo lấy mẫu và khuôn đúc mẫu sạch và khô. Sau khi sử dụng, tẩy bỏ bất cứ xỉ và lớp bám nào, làm sạch bề mặt khuôn đúc bằng bàn chải sắt.

Khuôn đúc phải được gia công lại nếu bên trong bề mặt bắt đầu hư hỏng. Việc làm này nhằm tránh sự cần thiết phải bổ sung khâu gia công cơ khí đối với mẫu trong quá trình chuẩn bị bề mặt.

## 5.3. Lấy mẫu bằng đầu dò

### 5.3.1. Qui định chung

Các loại đầu dò khác nhau sử dụng để lấy mẫu gang lò cao được mô tả trong Phụ lục A. Các đầu dò được thiết kế để lấy mẫu dạng đĩa có tổ chức gang trắng thì phải đủ dày với các yêu cầu của phương pháp vật lý được lựa chọn cho phân tích.

Lấy mẫu bằng đầu dò ảnh hưởng bởi các nhân tố như là góc và chiều sâu nhúng chìm của dụng cụ lấy mẫu trong mẻ luyện, và thời gian nhúng chìm có thể thay đổi phụ thuộc vào nhiệt độ của gang lỏng. Những nhân tố này phải được xác định trong thực tiễn sản xuất gang riêng và sau đó được điều chỉnh hoàn toàn để duy trì tiêu chuẩn chất lượng của mẫu phân tích.

### 5.3.2. Phương pháp

Đối với lấy mẫu từ mẻ luyện, nhúng đầu dò lấy mẫu chìm vào mẻ luyện, đảm bảo nhúng theo mặt thẳng đứng.

Khi lấy mẫu từ máng ra gang của lò cao, lựa chọn vị trí nhúng để được chiều sâu kim loại lỏng thích hợp với việc lấy mẫu bằng đầu dò. Chiều sâu khoảng 200 mm là thích hợp đối với phần lớn các loại lấy mẫu bằng đầu dò.

Đối với lấy mẫu từ dòng gang lỏng, hướng dụng cụ lấy mẫu vào kim loại chảy từ gầu rót, ở góc khoảng 45° với mặt phẳng đứng, tại vị trí càng gần miệng thùng chứa càng tốt.

Rút đầu dò lấy mẫu ra khỏi mẻ luyện sau khi đã đủ thời gian, bẻ nó thành từng mảnh và cho phép mẫu nguội trong không khí.

## 5.4. Chuẩn bị mẫu phân tích

### 5.4.1. Chuẩn bị ban đầu

Phải cắt bỏ tất cả phần bề mặt ôxy hóa của mẫu được lấy từ mẻ luyện vì nó có thể làm hư hỏng mẫu phân tích trong khâu chuẩn bị tiếp theo.

### 5.4.2. Mẫu phân tích bằng phương pháp hóa học

Bề mẫu thành các mẫu nhỏ bằng cối nghiền hoặc máy nghiền rung để thu được khối lượng mẫu phân tích có kích thước hạt thích hợp nhất là nhỏ hơn khoảng 150 µm.

Sự lựa chọn, phối thu được bằng khoan mẫu với tốc độ thấp như mô tả trong 8.3.1.

### 5.4.3. Mẫu phân tích bằng phương pháp nhiệt

Bề gãy chót của mẫu dạng đĩa thành các mẫu nhỏ đủ khối lượng để sử dụng như là các phần thử, hoặc sử dụng các vấu của mẫu thử bằng đầu dò. Phân tích số lượng các phần mẫu thử điển hình để có được giá trị trung bình.

Sự lựa chọn, nghiền chót hoặc gờ bằng cối nghiền để thu được đủ khối lượng mẫu cho phân tích với kích thước hạt xấp xỉ 1 mm đến 2 mm. Loại bỏ sản phẩm vật liệu hạt nhỏ trong khi nghiền. Trong trường hợp mẫu dạng tấm, bẻ mẫu thành các mẫu nhỏ và nghiền các mẫu này bằng phương pháp tương tự.

### 5.4.4. Mẫu phân tích bằng phương pháp vật lý

Trong trường hợp mẫu dạng đĩa phải cắt bỏ tất cả gờ hoặc chót và sau đó mài bề mặt mẫu để lộ ra tổ chức gang trắng là tổ chức đại diện của mẫu. Số lượng vật liệu bị cắt đi trong trường hợp này phải được xác định thành phần hóa học của từng phần gang và trạng thái lấy mẫu; chiều dày lớp bị cắt gọt thường nằm trong khoảng 0,5 mm và 1 mm (xem A.6),

Trong trường hợp mẫu dạng tấm mỏng, bẻ tấm thành hai mẫu nhỏ để thu được một mẫu có kích thước thích hợp cho phân tích.

Chuẩn bị bề mặt mẫu bằng cách mài. Mài được thực hiện với bề mặt ướt để tránh quá nhiệt lên mẫu nhưng đối với bề mặt cuối cùng thì bề mặt phải được sấy khô. Làm nguội mẫu sau khi mài bằng cách nhúng trong nước và sau đó kết thúc bằng sấy khô.

Trường hợp phải chuẩn bị bề mặt mẫu mỏng, phải thiết kế riêng đồ gá, kẹp giữ mẫu khi mài và đánh bóng.

## 6. Gang lỏng để sản xuất gang đúc

### 6.1. Qui định chung



Các phương pháp sau đây được áp dụng để lấy mẫu gang lỏng từ lò đứng, lò điện, lò giữ nhiệt nước gang trong nấu liên hoàn, từ gầu và thùng xử lý nhiệt.

Gang lỏng dùng để sản xuất gang đúc có thể tùy thuộc vào tính không đồng nhất, sự bảo quản riêng được yêu cầu trong đề cương chung và các phương pháp lấy mẫu theo đúng các yêu cầu qui trình sản xuất riêng. Ví dụ như, gang lỏng trong lò giữ nhiệt có khuynh hướng phân tầng và lấy mẫu phân tích phải đảm bảo tính đại diện của mẻ luyện nói chung.

Trong các qui trình sản xuất theo đợt, hai hoặc nhiều mẫu phải được lấy từ lò nấu chảy, thích hợp nhất là khi một phần ba hoặc hai phần ba của mẻ luyện được nóng chảy, và xác định giá trị trung bình của phân tích. Trong quá trình liên tục, mẫu được lấy tại khoảng thời gian chia đều.

Các phương pháp lấy mẫu thường được chỉ định làm nguội nhanh khuôn đúc kim loại lỏng của mẫu đúc từ gáo để tạo ra tổ chức kim loại gang trắng không có tổ chức graphít. Tổ chức gang trắng đạt được bằng đúc thổi là yêu cầu chung để phân tích bằng phương pháp vật lý.

Mẫu không biến trắng cũng có thể được sử dụng. Trong trường hợp này, mẫu có thể đúc riêng từ một gáo, hoặc một mẫu để phân tích có thể được lựa chọn từ một thanh thử hoặc khối vòm được chỉ định dùng cho sự thử nghiệm cơ. Các thanh hoặc khối thử được đúc tách biệt nhau từ cùng một mẻ gang lỏng và được sử dụng để sản xuất đúc hoặc các vật đúc.

Theo thỏa thuận với khách hàng, khi đúc các vật đúc lớn hơn hoặc số lượng vật đúc lớn, thì phải có hai hoặc nhiều mẫu.

Chú ý đặc biệt khi lấy mẫu và chuẩn bị mẫu gang lỏng để xác định oxy, nitơ và hydro (xem 6.5).

## **6.2. Lấy mẫu bằng gáo**

### **6.2.1. Qui định chung**

Lấy mẫu nên tiến hành trước khi bổ sung bất cứ chất biến tính nào vào mẻ luyện.

Cũng có thể chọn cách chờ thời gian đủ cho phép để các chất bổ sung hết tác dụng trực tiếp và mẻ luyện phải được khuấy trộn hoàn toàn trước khi lấy mẫu. Sự nhầm lẫn trong xác định thời gian dừng trước khi lấy mẫu sẽ làm hư hỏng nghiêm trọng đến tính tiêu biểu của việc lấy mẫu.

Lấy mẫu gang dẻo đặc biệt khó do khả năng lẫn xỉ trong quá trình sản xuất. Trong trường hợp này, có thể sử dụng đĩa gôm lọc gang để lấy mẫu.

**CHÚ THÍCH:** Khi lấy mẫu được tiến hành trước khi bổ sung các chất biến tính, mẫu thu được sẽ không đại diện thành phần hóa học của sản phẩm đúc.

### **6.2.2. Phương pháp**

Gáo graphít hoặc gáo thép được phủ một lớp vật liệu chịu lửa như đất sét chịu lửa thích hợp để lấy mẫu theo một trong các phương pháp sau đây.

a) Loại bỏ bất kỳ loại xỉ nào từ bề mặt mẻ luyện bằng cách hút xỉ và sau đó nhúng gáo đã nung trước vào trong mẻ luyện và múc đầy gang lỏng.

b) Hứng gáo đã nung trước vào dòng chảy khi rót và lấy đầy gang lỏng.

### **6.2.3. Mẫu biến trắng**

Rót một cách nhanh chóng gang lỏng từ gáo vào khuôn ghép được làm bằng graphít, gang hematít hoặc đồng để thu được mẫu dạng tấm phẳng nhỏ, chiều dày 4 mm đến 8 mm. Lấy mẫu ra khỏi khuôn đúc ngay khi nó kết tinh để tránh quá nhiệt, nguy cơ nứt khuôn, vỡ mẫu, sau đó bẻ đứt nguội.

Mẫu thường được mô tả như là mẫu hình nêm, có thể là hình tròn, hình chữ nhật hoặc hình vuông với các kích thước riêng lần lượt là: đường kính 35 mm đến 40 mm, 50 mm x 27 mm và 50 mm x 50 mm. Nói chung, các mẫu dạng đĩa là đúc ngang và các mẫu hình chữ nhật và hình vuông đúc dọc.

Khuôn đúc được thiết kế để đúc hai mẫu được ngàm với nhau trong khi sử dụng: một mẫu là tấm dày nguội phẳng, mẫu còn lại là một khối theo hình lòng khuôn. Góc trong lòng khuôn có thể làm côn để lấy mẫu ra khỏi khuôn đúc dễ dàng.

Mẫu dạng nêm với một hoặc nhiều chốt gắn cố định với nhau có thể có được bằng việc sử dụng khuôn đúc loại tổ hợp. Nếu có yêu cầu, chốt có thể bẻ gãy khỏi đĩa và được sử dụng như các phần thử đối với phân tích bằng phương pháp nhiệt. Khuôn đúc dọc của loại này, thường được mô tả như một khuôn dạng khối, hộp và được làm bằng gang xám chứa cacbon cao, photpho thấp, graphít, đồng hoặc đồng được làm nguội trong nước, được nêu trong Hình 2. Mẫu dạng đĩa có đường kính 35 mm đến 40 mm và chiều dày 4 mm đến 6 mm, với ba chốt có đường kính 5 mm.

Nhiệt độ gang lỏng trong gáo phải cố gắng giữ đủ độ cao theo khả năng có thể đạt được và thích hợp với vật liệu khuôn đúc. Khuôn được làm nguội thích hợp để đạt được tổ chức gang trắng. Nếu cần thiết, gang đúc phải được làm nguội trong không khí trước khi sử dụng. Khuôn đúc không được ẩm.

Trường hợp có nhiều khuôn đúc và vị trí lấy mẫu yêu cầu ở các vị trí như nhau thì phải bảo đảm các khuôn được làm nguội như nhau.

Phải tránh ứng suất nhiệt do khuôn đúc bị quá nhiệt có thể gây ra đứt gãy mẫu dạng nôm.

#### 6.2.4. Mẫu không biến trắng

Rót gang lỏng vào một khuôn đúc bằng cát một cách nhanh chóng để thu được mẫu dạng khối hình trụ có đường kính khoảng 50 mm và chiều dài từ 40 mm đến 50 mm.

Mẫu phân tích có thể được lựa chọn từ một thanh thử hoặc khối vòm dùng cho thử nghiệm cơ. Các thanh hoặc các khối thử được đúc từ gang lỏng được lấy từ gầu sử dụng một gáo rót hoặc nếu sử dụng một gầu rót tay nhỏ rót trực tiếp từ gầu đó. Thanh điển hình có đường kính 30 mm và chiều dài 150 mm và có thể được đúc dọc hoặc ngang trong khuôn cát.

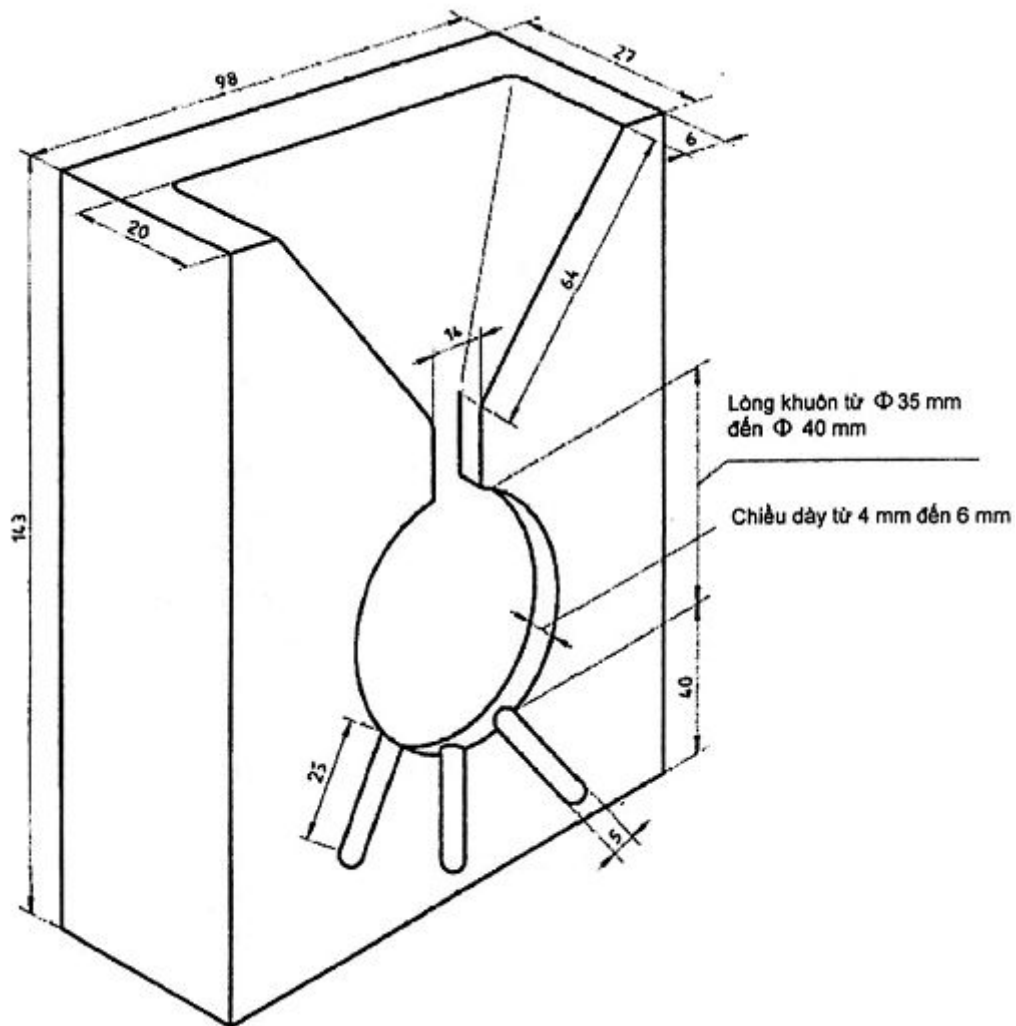
Mẫu phải được làm nguội hoàn toàn tiếp theo trước khi lấy ra khỏi khuôn đúc.

#### 6.2.5. Bảo dưỡng thiết bị

Chủ yếu để bảo quản gáo rót và khuôn kim loại sạch và khô. Sau khi sử dụng, loại bỏ bất cứ lớp xỉ và lớp bám nào và làm sạch bề mặt khuôn bằng bàn chải kim loại.

Khuôn phải được gia công lại nếu bên trong bề mặt bắt đầu hư hỏng. Việc này là cần thiết để ngăn ngừa phải gia công bổ sung mẫu trong khi chuẩn bị bề mặt.

Kích thước tính bằng milimet



CHÚ THÍCH: Tấm làm nguội phẳng (không được chỉ ra) có kích thước tương tự.

Hình 2 – Khuôn đúc dọc loại tổ hợp sử dụng để lấy mẫu gang lỏng được qui định cho sản xuất gang đúc.

#### 6.3. Lấy mẫu bằng đầu dò

Lấy mẫu bằng đầu dò được dùng để phân tích nhanh trong sản xuất các sản phẩm gang đúc. Nếu có yêu cầu, đầu dò lấy mẫu phải được thiết kế để lấy mẫu từ mẻ luyện với chất lượng và tổ chức kim loại theo yêu cầu của phương pháp phân tích.

#### 6.4. Sự chuẩn bị mẫu phân tích

##### 6.4.1. Chuẩn bị mẫu ban đầu

Tẩy bỏ cát bám chặt bề mặt của mẫu đúc khuôn cát bằng bàn chải sắt hoặc phun bi làm sạch. Làm sạch bề mặt bị oxy hóa bằng mài.

Chuẩn bị mẫu theo một trong các phương pháp miêu tả trong 6.4.2; 6.4.3 hoặc 6.4.4 tùy theo phương pháp lựa chọn để phân tích.

## **6.4.2. Mẫu phân tích bằng phương pháp hóa học**

### **6.4.2.1. Qui định chung**

Sử dụng máy khoan hoặc máy tiện với tốc độ thấp (100 r/min đến 150 r/min) với dao và mũi khoan bằng hợp kim cứng vonfram cacbit để thu được phoi, điều chỉnh tốc độ và lượng tiến dao để thu được phoi cùng kích thước, tránh phoi quá nhỏ. Tránh xảy ra quá nhiệt ở phoi và mũi dao.

Cố gắng với khả năng cao nhất để thu được phoi rắn và sít chặt, với khối lượng khoảng 10 mg (100 phoi cho mỗi gram) để ngăn ngừa sự vỡ vụn và mất mát graphit. Phoi không được rửa với dung môi hoặc xử lý từ vì sẽ có nguy cơ thay đổi sự phân bố kim loại và graphit. Khi khoan lấy phoi thì mũi khoan có đường kính 10 mm là thích hợp.

Để xác định tổng hàm lượng cacbon, mẫu phoi phân tích nên chọn kích thước trong khoảng 1 mm đến 2 mm.

Khi không thể thực hiện được gia công tạo phoi, mẫu có thể được bẻ gãy thành các miếng nhỏ và sau đó nghiền trong cối nghiền mài hoặc máy nghiền rung để thu được đủ khối lượng mẫu cho phân tích, kích thước hạt nhỏ nhất là 150  $\mu\text{m}$ . Phương pháp này chỉ được sử dụng trong các trường hợp khi mà nghiền không dẫn tới làm nhiễm bẩn mẫu phân tích.

### **6.4.2.2. Phương pháp**

Đối với mẫu biến trắng, khi khoan mẫu, nếu có thể thực hiện được cho phép lấy phoi từ bề mặt.

Đối với mẫu không biến trắng, nếu là khối trụ, khoan một lỗ ngang ở vị trí một phần ba dọc chiều dài của khối. Sau đó khoan lỗ khác từ mặt đối diện. Loại bỏ những phoi từ một phần ba chiều dày bán kính trong cả hai hướng. Tiếp tục khoan qua tâm khối để thu mẫu phân tích.

Trong trường hợp mẫu thử dạng thanh, sử dụng một trong các phương pháp sau:

a) Mài hai mặt phẳng trên các mặt đối diện của thanh và khoan từ mặt này đến mặt kia tại vị trí một phần ba theo chiều dọc của thanh.

b) Tiện lấy phoi với chiều cắt không lớn hơn 0,25 mm, không sử dụng chất bôi trơn hoặc làm nguội khi cắt. Có thể tiện từ bề mặt tâm hoặc tiện trên mặt cắt ngay từ mặt đầu, có thể tiện từ đầu nọ tới đầu kia, không hạn chế. Tiện hết bỏ những phoi thu được từ bề mặt thanh.

Đối với mẫu không thể gia công trên máy, tiến hành bẻ gãy các mẫu nhỏ từ mẫu hoặc cắt thành lát mỏng hoặc bản mỏng 3 mm từ mặt cắt ngang gần cuối thanh thử. Nghiền những mẫu này bằng cối nghiền mài hoặc máy nghiền rung để thu được đủ khối lượng mẫu cho phân tích với kích thước hạt nhỏ hơn 150  $\mu\text{m}$ .

## **6.4.3. Mẫu phân tích bằng phương pháp nhiệt**

Trong trường hợp mẫu biến trắng, cắt rời chốt khỏi mẫu và bẻ hoặc cắt chốt thành từng mẫu nhỏ để sử dụng như là các phần thử.

Kiến nghị nghiền chốt trong nghiền mài để cung cấp mẫu cho phân tích đến kích thước hạt khoảng 1 mm đến 2 mm. Tránh tạo ra bột quá mịn trong khi nghiền.

Đối với mẫu không biến trắng, sử dụng cưa để cắt một bản hoặc một mảnh 3 mm từ mặt cắt ngang của khối trụ hoặc thanh thử sau đó cắt chúng thành các mẫu nhỏ có khối lượng thích hợp cho phân tích để sử dụng như là các phần thử.

Phân tích số các phần thử đại diện để có được giá trị trung bình. Khối lượng của một mẫu nhỏ được lựa chọn làm phần thử phải không nhỏ hơn khoảng 0,3 g.

## **6.4.4. Mẫu phân tích bằng phương pháp vật lý**

Trong trường hợp mẫu biến trắng, loại bỏ tất cả các chốt và sau đó sử dụng máy mài đầu cố định để làm lộ ra tổ chức gang trắng là tổ chức đại diện của mẫu. Số lượng vật liệu bị loại bỏ theo cách này phụ thuộc vào thành phần hóa học của gang và các điều kiện lấy mẫu; chiều dày lớp bị loại bỏ thường nhỏ nhất là 1 mm.

Khuyến nghị trong quá trình mài, mẫu được làm nguội trong không khí. Cũng có thể làm nguội bằng nước để tránh quá nhiệt mẫu nhưng bước xử lý cuối cùng phải mài và đánh bóng khô. Mài quá sâu có thể dẫn đến các sai số trong phân tích nếu phạm vi biến trắng của mẫu tăng lên. Mẫu bị biến trắng phải được kiểm tra điều chỉnh thường xuyên để đảm bảo thích hợp với tổ chức kim loại của mẫu đã chuẩn bị cho phương pháp phân tích.

Đối với mẫu không biến trắng, sử dụng máy mài hoặc đánh bóng để hết bỏ lớp bề mặt dày khoảng 1 mm. Khuyến nghị làm nguội trong không khí trong khi mài, không được sử dụng chất lỏng làm nguội.

Đối với gang, tùy thuộc vào các ảnh hưởng thiên tích, ví dụ như gang kỹ thuật với hàm lượng photpho cao, gang cầu với hàm lượng silic cao, hoặc gang dẻo, chuẩn bị bề mặt của hai mẫu cho phân tích để lấy giá trị trung bình.

Phải loại bỏ bề mặt bị quá nhiệt khi chuẩn bị. Nó có thể làm bề mặt rạn nứt sẽ ảnh hưởng đến độ chính xác của phân tích.

Yêu cầu bảo quản khi chuẩn bị bề mặt mẫu hình nôm mỏng. Dụng cụ kẹp chặt phải được thiết kế riêng để giữ mẫu chắc chắn trong khi thao tác mài.

CHÚ THÍCH: Máy mài có đầu cố định thích hợp hơn máy mài quay trong chuẩn bị bề mặt. Máy mài quay có thể không tạo được mặt phẳng theo yêu cầu phân tích.

## **6.5. Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu để xác định oxy, nitơ và hydro**

### **6.5.1. Qui định chung**

Việc xác định oxy, nitơ và hydro chỉ yêu cầu đối với sản phẩm đúc. Các phương pháp lấy mẫu và chuẩn bị mẫu phải giảm tối thiểu sự mất mát hydro và tránh cho mẫu nhiễm oxy, nitơ hoặc hydro (xem 7.5 và 7.6).

### **6.5.2. Phương pháp**

Điều cơ bản là mẫu để xác định hydro phải được làm nguội rất nhanh. Lấy mẫu ra khỏi khuôn đúc ngay sau khi đông đặc và tôi ngay. Hỗn hợp axeton và tuyết CO<sub>2</sub> ở dạng bùn nhão thích hợp để tôi. Lưu giữ mẫu bằng cách nhúng nó trong môi trường chất lạnh hoặc là nitơ lỏng hoặc là bùn nhão aceton/tuyết CO<sub>2</sub> là thích hợp.

Để xác định oxy và nitơ, các phôi lấy từ một mẫu đúc biến trắng thường là thích hợp. Những mẫu này có thể thu được từ mẻ luyện bằng gáo và rót đúc, được miêu tả trong 6.2, vào khuôn đúc dạng tổ hợp để thu được mẫu dạng chốt có đường kính 6 mm đến 8 mm. Có thể sửa đổi cấu tạo khuôn nêu trong Hình 2 bằng cách mở rộng đường kính các lỗ chốt để thu được các mẫu dạng chốt có đường kính lớn hơn.

### **6.5.3. Chuẩn bị phần thử**

Loại bỏ toàn bộ những vết bị ôxy hóa bề mặt chốt bằng cách tiện trên máy tiện với mũi dao cacbit vonfram. Sử dụng một dao tiện riêng để cắt ngang chốt, để thu được một phần thử có khối lượng thích hợp cho phân tích. Tránh quá nhiệt đối với chốt trong khi chuẩn bị các mẫu phân tích xác định hydro. Trong quá trình cắt phải làm nguội liên tục bằng tuyết CO<sub>2</sub>.

Không cho phép để mẫu dưng đợi giữa các khâu trong chuẩn bị mẫu và phân tích mẫu.

## **7. Thép lỏng để sản xuất thép**

### **7.1. Qui định chung**

Các phương pháp sau được áp dụng để lấy mẫu thép lỏng từ lò, gàu rót và lò thổi, và từ các máng phân phối và khuôn đúc trong khi luyện, sự xử lý lần hai và sản phẩm đúc bằng thép.

Chú ý đặc biệt áp dụng cho lấy mẫu và chuẩn bị mẫu thép lỏng để xác định oxy (7.5) và hydro (7.6).

### **7.2 Lấy mẫu bằng gáo**

#### **7.2.1 Qui định chung**

Đối với lấy mẫu từ mẻ luyện, đưa gáo qua lớp xỉ vào mẻ luyện và múc đầy thép lỏng. Ban đầu gáo phải được nhúng vào lớp xỉ cho phủ một lớp xỉ lên trên gáo để giảm sự làm nguội và ngăn cản sự bám dính của mẫu đối với gáo. Lấy gáo ra và làm sạch xỉ bằng cách gạt hết xỉ trên bề mặt của thép lỏng trong gáo.

Đối với cách lấy mẫu từ dòng chảy, đưa gáo vào dòng chảy từ gàu rót và hứng đầy thép lỏng vào gáo. Sau đó lấy gáo ra.

Phải cẩn thận khi đưa gáo vào dòng chảy kim loại vì dòng chảy mạnh có thể làm kim loại lỏng trào khỏi miệng gáo, cần phải giảm tốc độ dòng kim loại chảy vào gáo.

Nếu cần thiết, bổ sung thêm chất khử oxy có chất lượng đã được kiểm nghiệm vào thép lỏng trong gáo. Khi thép lỏng dưng sôi (sau khoảng 10 s), rót chảy không được đứt đoạn vào một khuôn đúc thép được thiết kế để chế tạo mẫu hình trụ côn. Mẫu phải có đường kính khoảng 25 mm đến 40 mm ở đỉnh và đường kính 20 mm đến 35 mm đáy, và chiều dài 40 mm đến 75 mm.

Lấy mẫu từ khuôn đúc và làm nguội theo một phương pháp đã thiết kế để ngăn ngừa nứt vỡ. Làm nguội mẫu đủ chậm để đảm bảo tính dễ gia công.

Để lấy mẫu thép không gỉ, người ta dùng khuôn đúc là những vòng gạch chịu lửa có tường dày từ 10 mm tới 12 mm đặt trên bề mặt tấm gang đúc. Mẫu được lấy từ khuôn bằng cách đập vỡ lớp chịu nhiệt.

**CHÚ THÍCH:** Dây nhôm thường được sử dụng để khử oxy nhanh trong gáo lấy mẫu, nhôm6 được dùng phải không gây ra khó khăn trong phương pháp phân tích và việc xác định hàm lượng nhôm trong mẻ luyện là không cần. Tồn số nhôm bổ sung thường giữa 0,1 % (theo khối lượng) và 0,2 % (theo khối lượng). Những chất khử ôxy khác, như là titan hoặc zircon, có thể được sử dụng với giới hạn tương tự.

### **7.2.2 Bảo dưỡng thiết bị**

Chủ yếu để bảo quản rót và khuôn kim loại sạch và khô. Sau khi sử dụng, loại bỏ sạch các lớp xỉ, lớp bám và làm sạch bề mặt khuôn bằng bàn chải kim loại.

Khuôn phải được gia công lại nếu trong bề mặt bắt đầu hư hỏng. Việc này là cần thiết để ngăn ngừa phải gia công bổ sung mẫu trong khi chuẩn bị bề mặt.

## **7.3 Lấy mẫu bằng đầu dò**

### **7.3.1 Qui định chung**

Những đặc trưng chính của các loại đầu dò lấy mẫu có giá trị thương mại khác nhau để lấy thép lỏng được mô tả trong Phụ lục A.

Lấy mẫu bằng đầu dò ảnh hưởng bởi các nhân tố như là góc và chiều sâu nhúng chìm của dụng cụ lấy mẫu trong mẻ luyện, và thời gian nhúng chìm trong mẻ luyện. Các thông số này cần được xác định rõ cùng với nhiệt độ của thép và sau đó được điều chỉnh chặt chẽ để duy trì tiêu chuẩn chất lượng cho phân tích.

Phải có các biện pháp phòng ngừa để đảm bảo hoạt động lấy mẫu bằng đầu dò không làm nhiễm bẩn mẫu thép lỏng, nhất là khi lấy mẫu để xác định các nguyên tố có nồng độ thấp. Lựa chọn vật liệu để chế tạo đầu dò lấy mẫu, kết cấu bịt đầu, hệ thống dẫn kim loại và phương pháp khử ôxy để giảm thiểu nguy cơ nhiễm bẩn (có nguồn từ ngoài chất khử oxy).

### **7.3.2 Phương pháp**

Để lấy mẫu từ mẻ luyện sâu, như là trong lò luyện và thùng rót, nhúng nhanh đầu dò lấy mẫu thích hợp qua lớp xỉ vào mẻ luyện cố gắng tiệm cận đến tâm của mẻ luyện, ở góc gần bằng 90°.

Đối với lấy mẫu từ mẻ luyện nông, như là trong các máng phân phối, từ các đỉnh của khuôn đúc thổi và từ khuôn đúc liên tục, đưa ống dò lấy mẫu hút thích hợp qua lớp xỉ hoặc lớp cách nhiệt vào trong mẻ luyện. Tạo chân không cục bộ trong dụng cụ lấy mẫu trong khoảng 2 s để điền đầy khuôn.

Một số máng phân phối có thể cần chặn lại để có một chiều sâu kim loại lỏng thích hợp cho phép sử dụng đầu dò lấy mẫu nhúng.

Đối với lấy mẫu từ dòng chảy, đưa đầu dò lấy mẫu thích hợp vào dòng kim loại được đổ từ thùng rót, với góc 45°, ở vị trí gần miệng thùng nhất.

Phải cẩn thận khi đưa gáo vào dòng chảy kim loại để sao cho có thể giảm bớt tốc độ chảy vào khuôn.

Lấy đầu dò lấy mẫu từ mẻ luyện sau khi đã xác định đủ thời gian và bề gãy nó ra thành từng phần. Cho phép làm nguội mẫu đầu dò trong không khí đến màu đỏ đục, và sau đó tối trong nước theo cách thích hợp để không gây ra nứt vỡ.

Trong một số trường hợp, các mẫu đầu dò được chuyển đến phòng thử nghiệm ở trạng thái vẫn còn nóng.

## **7.4. Chuẩn bị mẫu để phân tích**

### **7.4.1. Chuẩn bị ban đầu**

Tẩy bỏ bất cứ bề mặt nào bị ôxy hóa từ mẫu được lấy từ mẻ luyện, nó có thể làm hư hỏng mẫu phân tích trong khâu chuẩn bị tiếp theo.

### **7.4.2. Mẫu phân tích bằng phương pháp hóa học**

Trong trường hợp mẫu lấy bằng gáo, khoan mẫu hình trụ tại điểm cách một phần ba từ đáy qua tâm của mẫu, loại bỏ những phoi của lớp bề mặt mẫu.

Dùng máy tiện hoặc máy phay cắt bỏ ba đáy mẫu hình trụ ở phần hướng ra bề mặt mẫu đúc. Phải nhiệt luyện hạ bớt độ cứng mẫu để thích hợp cho gia công.

Trong trường hợp mẫu đầu dò, thu được các phoi từ phần mẫu dạng đĩa bằng khoan hoặc nghiền như mô tả trong 10.4.2.

### **7.4.3. Mẫu phân tích bằng phương pháp nhiệt**

Trong trường hợp mẫu đầu dò với các chốt cố định, bề gãy một trong những chốt thành một phần thử.

Trong trường hợp mẫu đầu dò có chiều dày kép, đục một chốt từ phần đĩa thành một phần thử. Có thể phải nhiệt luyện để làm mềm mẫu đầu dò thích hợp để đục lỗ nếu độ cứng Rockwell của mẫu vượt quá khoảng 25 HRC.

Trong trường hợp mẫu có dạng đĩa và ống, cắt phần mẫu từ ống có khối lượng thích hợp để phân tích.

Trong trường hợp mẫu dạng hình trụ, thu được các phoi từ phần mẫu dạng đĩa bằng khoan hoặc phay mẫu.

Trường hợp mẫu phân tích cacbon lấy từ thép cacbon thấp có yêu cầu đặc biệt để tránh nhiễm bẩn trong khi chuẩn bị mẫu thử. Phải sử dụng kẹp mẫu trong thao tác.

#### **7.4.4. Mẫu phân tích bằng phương pháp vật lý**

Trong trường hợp mẫu hình trụ, cắt đáy mẫu, sử dụng đĩa cắt mài hoặc dụng cụ cắt để tạo ra mẫu cho phân tích, chiều dày thường là 20 mm đến 30 mm. Mặt phẳng cắt đĩa mài phải được đánh bóng và mặt cắt bằng dụng cụ cắt có thể được đánh bóng trước khi phân tích.

Trong trường hợp mẫu đầu dò nếu cần thiết phải loại bỏ tất cả các gờ hoặc chốt và sau đó phay hoặc đánh bóng bề mặt của đĩa để lộ ra bề mặt đại diện của mẫu. Tổng lượng vật liệu bị bỏ theo cách này phải được xác định thành phần hóa học và các điều kiện lấy mẫu; chiều dày lớp bị lấy mẫu thường nằm trong khoảng 1 mm và 2 mm (xem trong A.6 Phụ lục A). Trong trường hợp mẫu đầu dò chiều dày kép, chuẩn bị mẫu ở phần dày của đĩa.

Trong trường hợp mẫu thép bọc chì, thiết bị sử dụng để chuẩn bị bề mặt phải được đặt trong khoang kín và được lắp thiết bị khử bụi.

**CHÚ Ý – Mặt mài từ sự chuẩn bị bề mặt thép bọc chì, và bụi từ hệ thống lọc bụi, phải được thu gom và đổ bỏ theo qui định an toàn môi trường của địa phương đối với vật liệu phế thải có chứa chì.**

#### **7.5. Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu để xác định oxy**

##### **7.5.1. Phương pháp lấy mẫu**

Phương pháp lấy mẫu thép lỏng để xác định oxy được dựa trên việc sử dụng đầu dò lấy mẫu có tính thương mại. Những đặc điểm chính của các loại đầu dò khác nhau được mô tả trong Phụ lục A. Phương pháp sử dụng phải được mô tả để đảm bảo rằng công việc lấy mẫu không ảnh hưởng đến sự cân bằng giữa cacbon và oxy trong mẻ luyện. Cần tránh sự nhiễm bẩn mẫu và loại bỏ toàn bộ lớp oxy hóa bề mặt tại mỗi giai đoạn trong chuẩn bị mẫu.

Các phần phụ của mẫu đầu dò, như là chốt có đường kính nhỏ hơn khoảng 5 mm hoặc gờ, thường không thích hợp để sử dụng như là một phần mẫu thử không có lớp oxy hóa bề mặt. Phôi thu được bằng khoan lỗ từ mẫu đầu dò chiều dày kép có thể thích hợp. Đối với một số áp dụng, tốt nhất là sử dụng khoan đầu dò lấy mẫu bằng lực hút để thu mẫu có khối lượng lớn nhất.

##### **7.5.2. Chuẩn bị phần mẫu thử**

Loại bỏ các sản phẩm oxy hóa từ bề mặt của mẫu đầu dò bằng mài mòn theo cách không gây ra quá nhiệt.

Cắt một mảnh từ đĩa mẫu đầu dò. Sau đó cắt phần mẫu thử có dạng lập phương từ mảnh này có khối lượng đủ cho phân tích.

Đặt phần thử trong khuôn giữ bằng thép không gỉ hoặc một số thiết bị khác để giữ chặt và mài bóng mỗi bề mặt bằng đĩa răng mịn. Trong toàn bộ quá trình thao tác, mẫu phải được kẹp (không dùng tay).

Nhúng phần thử trong acetone hoặc rượu etylic và sấy khô trong không khí hoặc bằng phơi trong chân không thấp. Phân tích ngay; không được chậm trễ giữa các bước thao tác chuẩn bị thử và phân tích.

#### **7.6. Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu để xác định hydro**

##### **7.6.1. Qui định chung**

Phương pháp lấy mẫu thép lỏng để xác định hydro dựa trên việc sử dụng đầu dò lấy mẫu có tính thương mại. Những đặc điểm chính của các loại đầu dò khác nhau được mô tả trong phụ lục B. Phương pháp sử dụng phải được cân nhắc để giảm thiểu và kiểm soát được sự khuếch tán nhanh của hydro từ mẫu đầu dò xảy ra trong khi lấy mẫu, bảo quản mẫu và chuẩn bị phần thử. Những mất mát do khuếch tán có thể lớn tại nhiệt độ môi trường, đặc biệt là từ mẫu có đường kính nhỏ.

Mẫu đầu dò phải không bị gãy và không có độ xốp bề mặt, và tránh ẩm, nhất là nước bị giữ lại. Trạng thái phần thử có thể ảnh hưởng mạnh đến phép đo phân tích. Sự hiện diện của nước có thể ảnh hưởng tới kết quả của phương pháp phân tích. Nếu sử dụng đầu dò lấy mẫu hút, phương pháp gia công phải được chọn để tránh nguy cơ đưa thêm độ ẩm vào trong mẫu.

Sự lựa chọn phương pháp lấy mẫu tùy thuộc vào độ mê luyện, phương pháp phân tích và yêu cầu độ chính xác của phân tích. Mỗi quan hệ này phải được khảo sát để xây dựng một phương pháp thích hợp cho việc lấy được mẫu chất lượng đạt yêu cầu trong thực tiễn sản xuất thép. Biện pháp chi tiết phải được tuân thủ, để đạt được ổn định trong chất lượng phân tích.

Bảo quản mẫu đầu dò và phần mẫu thử ở toàn bộ các bước lấy mẫu tiếp theo, trong kho bảo quản và khi chuẩn bị mẫu phải cố gắng thực hiện tại nhiệt độ thấp nhất. Mẫu phải được bảo quản trong môi chất làm lạnh; nitơ lỏng hoặc hỗn hợp axeton và tuyết cacbonic là thích hợp.

**CHÚ THÍCH:** Kho bảo quản lạnh là cần thiết cho thép ferit. Tuy sự khuếch tán hydro trong thép austenit thấp, nhưng đối với bất cứ vật liệu cụ thể nào nếu còn thiếu chứng cứ thực nghiệm thì vẫn phải bảo quản trong môi trường chất làm lạnh được đề xuất.

Mẫu đầu dò và phần mẫu thử phải được giữ nguội khi cắt mẫu và trong khi chuẩn bị phần mẫu thử. Làm nguội có thể được thực hiện bằng cách nhúng trong nước đá lạnh hoặc tốt nhất là trong môi chất làm lạnh. Phải được loại bỏ bất cứ hơi ẩm nào xuất hiện trên bề mặt của phần mẫu thử sau khi làm nguội; phần mẫu thử phải được nhúng vào trong axeton và sau đó sấy khô bằng cách phơi một vài giây trong môi trường chân không thấp.

Mẫu không được làm nguội hoặc bảo quản thích hợp phải bị loại bỏ.

Chuẩn bị bề mặt phần mẫu thử bằng cách mài bóng phải được giữ ở mức tối thiểu đủ để loại bỏ toàn bộ sản phẩm ôxi hóa và các khuyết tật bề mặt. Phần mẫu thử phải được phân tích nhanh sau khi chuẩn bị.

### **7.6.2. Phương pháp lấy mẫu**

Phạm vi đầu dò lấy mẫu có tính thương mại, được thiết kế để cung cấp mẫu dạng chốt hoặc dạng bút chì có đường kính khác nhau (xem Phụ lục B) sẵn có. Sử dụng đầu dò lấy mẫu được lựa chọn theo sự hướng dẫn của nhà sản xuất.

Mẫu đầu dò cần được tôi trong nước lạnh và phải được khuấy mạnh và liên tục trong khi tôi. Điều đó không được làm chậm trễ, tôi phải tiến hành trong khoảng thời gian không lớn hơn 10 s sau khi lấy mẫu. Màng bọc silic đioxit ( $\text{SiO}_2$ ) trên khuôn đúc phải bị loại bỏ nhanh để cho phép nguội nhanh.

Khi mẫu được làm nguội đủ, nhúng mẫu đầu dò trong môi chất làm lạnh trong kho và chuyển đến phòng thử nghiệm.

Nếu mẫu lấy bằng đầu dò nhằm để phân tích hydro thì nó cần tôi nguội tới mức độ có thể sờ tay vào được.

### **7.6.3. Chuẩn bị phần mẫu thử**

Cắt mẫu thử với khối lượng thích hợp cho phân tích từ đoạn giữa của mẫu đầu dò. Phương pháp cắt phải chọn sao cho có thể hạn chế sự làm nóng mẫu đầu dò. Làm nguội mẫu bằng dòng chảy của chất lỏng trong khi cắt hoặc nhúng nguội mẫu thường xuyên, hoặc sử dụng kết hợp cả hai phương pháp làm nguội.

Chuẩn bị bề mặt phần mẫu thử bằng cách dũa, phun cát hoặc mài nhẹ. Nếu sử dụng phương pháp dũa thì dũa bóng bề mặt với dũa mịn. Nếu sử dụng phương pháp phun hạt, thì máy phun hạt phải được sử dụng riêng cho mục đích này để tránh nhiễm bẩn lên phần mẫu thử từ hạt. Nếu sử dụng phương pháp mài nhẹ, thì mẫu thử phải được nhúng nguội thường xuyên.

Tẩy dầu mỡ trên phần mẫu thử bằng cách nhúng vào axeton, sấy khô bằng cách phơi trong chân không thấp và phân tích nhanh. Cũng có thể làm như sau: một phần mẫu thử được nhúng trong rượu propyl-2 (rượu isopropyl) và sau đó được sấy với khí ête dietyl.

## **8. Gang thỏi**

### **8.1. Qui định chung**

Các phương pháp sau đây áp dụng để lấy mẫu gang từ lò cao đã được đúc thành dạng thỏi hình dạng đơn giản ở giữa có rãnh ngang hoặc một số hình dạng tương tự khác với tên gọi thông thường là gang thỏi lò cao. Các chủng loại gang thỏi lò cao được phân loại trong ISO 9147. Những loại gang khác có thể dùng làm gang đúc, ví dụ: gang nấu trong lò đứng hoặc gang nấu trong lò điện.

Phải hết sức cẩn thận khi lấy mẫu để đảm bảo chắc chắn là chọn được mẫu có tính đại diện cho các thỏi gang.

### **8.2. Lượng gang đôi làm mẫu kiểm**

#### **8.2.1. Số lượng đôi làm mẫu kiểm**

Số lượng thỏi được lấy làm mẫu kiểm phải đại diện cho mẻ hoặc lô hàng. Trong trường hợp hàng đã cung cấp ở dạng khối lớn, nếu không có thỏa thuận nào khác giữa nhà cung cấp và khách hàng, thì số lượng tối thiểu gang thỏi được lấy từ lô hàng phải theo ISO 9147 (xem Bảng 1)

**Bảng 1 – Số lượng tối thiểu thỏi được lấy làm mẫu kiểm từ lô hàng của gang thỏi**

<b>Khối lượng lô hàng t</b>	<b>Số lượng thỏi</b>
<10	9
10 đến 20	11
20 đến 40	12
40 đến 80	14
80 đến 160	16
160 đến 300	18
300 đến 600	21
> 600	24

### 8.2.2. Phương pháp

Trong khi điều khiển dỡ hàng hoặc chất hàng, hoặc di chuyển lô hàng, thu được các thỏi làm mẫu kiểm tại những khoảng thời gian hoặc khối lượng gần bằng nhau.

Trong trường hợp lô hàng được cung cấp trong toa chở hàng hoặc toa xe, thì vị trí lấy mẫu phải được xác định trong đơn đặt hàng. Ví dụ như, từ năm vị trí, tại tâm của toa chở hàng, và tại vị trí một phần sáu khoảng cách từ các góc của toa chở hàng dọc theo hai đường chéo.

Trong trường hợp xếp đồng, quặng cấp có số lượng nút thắt đã biết lên đồng và lấy các thỏi gang tiếp xúc với các nút này. Lập lại công việc lấy mẫu cho đến khi đạt được đủ số lượng các thỏi gang.

Ở nơi không thể tiếp cận toàn bộ bề mặt của đồng, hoặc đến gần đồng sẽ không an toàn, các điểm lấy mẫu phải được đặt theo thứ tự xác định trên bề mặt đồng.

Cũng có thể lấy mẫu theo cách sau, sử dụng máy xúc một gầu để lấy một số lượng các thỏi gang từ các vị trí trên đồng đã lựa chọn ngẫu nhiên. Sau đó lựa chọn một thỏi ngẫu nhiên từ khối thỏi đó.

### 8.2.3. Lô hàng gồm nhiều loại thỏi gang hỗn hợp

Lô hàng gồm nhiều loại thỏi gang hỗn hợp có thể bao gồm một số lượng các lô thỏi gang khác nhau có thể lấy từ những kho chứa khác nhau. Nếu thỏi có kích thước và hình dạng khác nhau có thể được đánh dấu trong lô hàng, sự quan sát bằng mắt thường có thể xác định tỷ lệ mỗi loại gang.

Lượng gang đôi làm mẫu kiểm sẽ được lấy theo từng loại gang có trong lô hàng, số lượng thỏi gang mỗi loại lấy theo tỷ lệ khối lượng mỗi loại cần cho phân tích.

## 8.3. Chuẩn bị mẫu phân tích

### 8.3.1. Qui định chung

Nếu thỏi được lấy làm mẫu thử có từ tính dư do nhiễm từ gầu từ, chúng phải được khử từ bằng các cuộc khử từ để tránh phải làm sạch lõi khoan bởi các hạt nhỏ bám vào trong quá trình khoan.

Gia công mẫu để thu phoi phải được thực hiện bằng cách khoan với tốc độ thấp (100 r/min đến 150 r/min), sử dụng dao vừa mới mài sắc, điều chỉnh tốc độ và sự cấp liệu để tạo phoi có kích thước đồng bộ với lượng hạt nhỏ tối thiểu. Mũi khoan với đường kính 12 mm đến 14 mm là thích hợp để thu phoi. Mũi khoan phải được mài sắc lại thường xuyên và đảm bảo tránh quá nhiệt trên cả mẫu và dao.

Đối với một số loại gang, ví dụ như gang lò thổi ôxy, cần sử dụng mũi khoan vonfram cacbit.

Phoi phải rắn và sít chặt để ngăn cản sự vỡ vụn và mất mát graphit. Giới hạn kích thước phoi để xác định cacbon phải xấp xỉ từ 1 mm đến 2 mm.

Không sử dụng phương pháp nghiền vì tỷ lệ sản phẩm mịn cao.

Mẫu đã chuẩn bị không được rửa với dung môi hoặc xử lý từ vì có nguy cơ phá vỡ sự phân bố kim loại và graphit.

### 8.3.2. Mẫu phân tích bằng phương pháp hóa học

Phương pháp chuẩn bị của từng mẫu kiểm tra phải theo một trong các phương pháp sau đây:

a) Đối với thỏi gang có thể gia công trên máy, làm sạch một mặt của thỏi gang này bằng sự mài bóng ở vị trí ở giữa dọc theo chiều dài và chiều rộng để lộ ra vùng bề mặt kim loại có kích thước ít nhất là 50 mm. Khoan một lỗ vuông góc với mặt cắt ngang của thỏi; dừng khoan khi cách mặt đối diện chừng 5 mm. Nếu cần thiết, khoan lỗ khác song song với lỗ ban đầu. [xem Hình 3a), 3b), 3c) và 3d)].

b) Đối với thỏi gang không gia công được trên máy, đập vỡ thỏi gang ở vị trí giữa dọc theo chiều dài của nó. Đập vỡ thành các mẫu nhỏ đến kích thước hạt xấp xỉ 5 mm và sau đó nghiền, sử dụng máy nghiền rung để thu được kích thước hạt nhỏ hơn 150 µm.



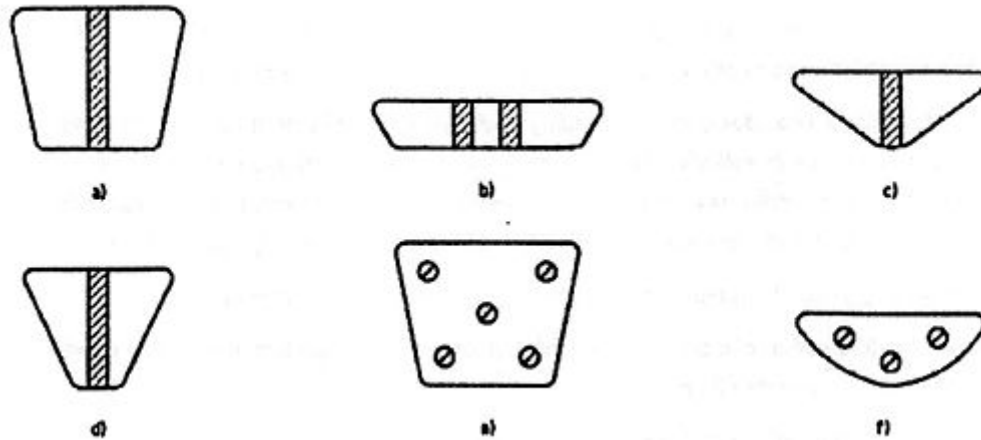
Trộn các khối lượng vật liệu bằng nhau đã thu được từ mỗi thỏi gang. Từ hỗn hợp này, thu được một mẫu có khối lượng thích hợp để phân tích bằng dụng cụ hình côn hay hình vuông.

Cũng có thể phân tích vật liệu thu được từ mỗi thỏi riêng biệt sau đó tính giá trị trung bình của lô hàng.

### 8.3.3. Mẫu phân tích bằng phương pháp nhiệt

#### 8.3.3.1. Qui định chung

Phương pháp chuẩn bị cho một trong các mẫu kiểm tra phải theo 8.3.3.2 hoặc 8.3.3.3, tùy thuộc vào trạng thái của các thỏi gang và loại mẫu yêu cầu để phân tích.



Hình 3 – Các vị trí lấy mẫu của thỏi gang

#### 8.3.3.2. Mẫu dạng phoi hoặc mảnh vụn

Đối với thỏi gang có thể gia công trên máy, tại tâm của mỗi thỏi, trên cả hai bề mặt đối diện, khoan lỗ có đường kính 12 mm đến 14 mm. Loại bỏ lớp xỉ và bất cứ tạp chất nào khác quanh lỗ trên cả hai mặt của thỏi. Sau đó khoan lỗ khác đồng trục với lỗ ban đầu, có đường kính 20 mm đến 24 mm, là cách để thu được phoi lớn có kích thước khoảng 1 mm đến 2 mm.

Đối với thỏi gang không thể gia công trên máy cách tạo các mẫu nhỏ từ thỏi như đã mô tả trong 8.3.2 b), và sau đó nghiền các mẫu này trong cối nghiền đến kích thước hạt trong khoảng 1 mm đến 2 mm.

Trộn vật liệu thu được từ mỗi thỏi với khối lượng bằng nhau. Từ hỗn hợp này, thu được mẫu phân tích bằng dụng cụ hình côn hoặc hình vuông.

Cũng có thể chọn cách phân tích vật liệu thu được từ mỗi thỏi riêng biệt sau đó tính giá trị trung bình của lô hàng.

#### 8.3.3.3. Mẫu dạng khối rắn

Ở vị trí giữa thỏi gang, cắt dọc theo chiều dài một lát có chiều dày khoảng 3 mm, vê tròn các cạnh sắc bằng mài. Từ mảnh này, cắt thành nhiều mẫu nhỏ theo các vị trí đã chỉ ra trong các Hình 3e) và 3f) để tạo nên các mẫu thử có khối lượng thích hợp cho phân tích.

Cũng có thể chọn cách cưa hoặc đập vỡ thỏi gang ở vị trí giữa dọc theo chiều dài của nó. Sử dụng mũi khoan rộng, khoan ba hoặc năm lỗ ở các vị trí được chỉ ra trong các Hình 3e) và 3f) để thu được phoi có đường kính khoảng 3 mm. Đập gãy phoi thành các mẫu để tạo nên các phần mẫu thử có khối lượng thích hợp cho phân tích.

Phân tích số lượng các phần mẫu thử đại diện, để thu được giá trị trung bình của mỗi thỏi.

#### 8.3.4. Mẫu phân tích bằng phương pháp vật lý

Mẫu thu được các thỏi gang thông thường không dùng cho phương pháp phân tích vật lý. Nếu mẫu để dùng cho phương pháp vật lý, thì phương pháp chuẩn bị mẫu phải tính đến cả tổ chức của gang và tạo sự bộc lộ bề mặt đại diện để phân tích.

Cũng có thể chọn cách nấu lại các mẫu nhỏ của mẫu thành mẫu thích hợp cho phân tích vật lý (xem 4.4.5).

## 9. Sản phẩm gang đúc

### 9.1. Qui định chung

Vị trí và phương pháp lấy mẫu ban đầu hoặc mẫu để phân tích từ một sản phẩm đúc phải được thỏa thuận giữa người cung cấp và khách hàng theo một trong các phương pháp được mô tả trong 9.2.2, 9.2.3 hoặc 9.2.4.

Mẫu để phân tích có thể được lựa chọn từ thanh mẫu thử hoặc khối đúc trên vật đúc dùng để thử cơ tính.

Bảo quản đặc biệt phải được thực hiện để đảm bảo mẫu đặc trưng cho phân tích được thu gom từ các sản phẩm gang đúc. Điều đó có thể khó khăn trong phân tích thành phần hóa học, nhất là các hàm lượng cacbon, lưu huỳnh, photpho, mangan và magiê, giữa mẫu được lựa chọn và mẫu đúc hoặc các vật đúc không hư hỏng. Sự thiên tích các nguyên tố có thể được tập trung về bề mặt phía trên của vật đúc và phần lõi phía dưới, khi lựa chọn mẫu ban đầu hoặc mẫu để phân tích cần phải tránh những khu vực này. Các kích thước mặt cắt và các vùng nung nóng hoặc làm nguội khác nhau yêu cầu phải chú ý đặc biệt. Sự xem xét cẩn thận là cần thiết trong các phương pháp lấy mẫu đối với gang kỹ thuật với hàm lượng photpho cao, và gang dẻo. Đặc biệt chú ý đến yêu cầu khi lấy mẫu gang xám để đảm bảo rằng mẫu phân tích có thành phần hóa học đại diện cho sản phẩm, nhất là cần nghi ngờ những nơi thiên tích.

## **9.2. Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu**

### **9.2.1. Qui định chung**

Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu phải tùy theo nhóm gang và chủng loại gang đúc, và phương pháp được lựa chọn để phân tích.

Sản phẩm mẫu hoặc mẫu ban đầu phải được làm sạch bằng bàn chải sắt, mài hoặc phun bi, để loại bỏ các hạt sạn dính chặt và để lộ vùng bề mặt kim loại. Nó phải được đảm bảo rằng cả hai mặt bên trong và bên ngoài của vật đúc rộng đều sạch.

### **9.2.2. Mẫu phân tích bằng phương pháp hóa học**

#### **9.2.2.1. Qui định chung**

Gia công mẫu để thu phoi phải được thực hiện bằng máy khoan hoặc máy tiện với tốc độ thấp (100 r/min đến 150 r/min) sử dụng mũi dao vonfram cacbit, điều chỉnh tốc độ cắt và lượng tiến dao để sản xuất phoi có kích thước đồng đều với số lượng phoi vụn ít nhất. Phải đảm bảo trong khi thực hiện tránh quá nhiệt trên cả mẫu và dao. Khi sử dụng mũi khoan hợp kim cứng có nguy cơ bị gãy, trong trường hợp gãy mũi khoan thì phoi phải bỏ đi.

Không sử dụng phương pháp nghiền vì tỷ lệ sản phẩm mịn cao.

Cố gắng tới khả năng cao nhất để phoi rắn chắc và sít chặt, với khối lượng khoảng 10 mg (100 phoi 1 gram) để ngăn sản sự mất mát graphit. Phoi không được rửa với dung môi hoặc xử lý từ bởi vì có nguy cơ phá vỡ sự phân bố kim loại và graphit. Dụng cụ cắt có đường kính 10 mm là thích hợp để thu được phoi bằng máy khoan.

Giới hạn kích thước phoi để xác định cacbon hoặc nitơ phải xấp xỉ từ 1 mm đến 2mm.

Khi gia công tạo phoi không thể thực hiện được thì mẫu có thể được đập vỡ thành nhiều miếng nhỏ sau đó nghiền nát trong cối nghiền hoặc máy nghiền rung để thu được đủ khối lượng mẫu cho phân tích, có kích thước hạt nhỏ hơn 150  $\mu\text{m}$ . Phương pháp này chỉ được sử dụng trong các trường hợp nếu sự nghiền nhỏ không làm nhiễm bẩn mẫu thử.

#### **9.2.2. Phương pháp**

Phương pháp lấy mẫu và chuẩn bị mẫu thử phải theo loại gang đúc sau đây:

a) Đối với gang xám, phoi được lấy từ tâm mặt cắt của vật đúc, có phạm vi đại diện khoảng một phần ba toàn mặt cắt của vật đúc. Không sử dụng phoi được lấy từ bề mặt của vật đúc để phân tích. Nơi có thể thực hiện được và tùy theo hình dạng của vật đúc, lấy phoi bằng khoan vật đúc tại một vài vị trí. Hỗn hợp phoi đã lấy trong cách này để tạo thành mẫu cho phân tích.

Đối với vật đúc có mặt cắt lớn, nó có thể không thể thực hiện khoan qua vật đúc được. Trong trường hợp như vậy, phải khoan từ hai đầu qua mặt cắt ngang của vật đúc.

Trong trường hợp lỗ vật đúc như là một đường ống, khoan xuyên qua thành ống ở mỗi đầu và trong chính giữa, sao cho các lỗ trục khoan chéo nhau 120°.

Trong trường hợp vật đúc lớn, lấy mẫu ban đầu có đường kính 3 mm đến 5 mm bằng cách sử dụng dụng cụ khoan lấy lõi. Đập gãy mẫu thành các mẫu nhỏ và nghiền các mẫu nhỏ trong cối nghiền hoặc máy nghiền rung để thu được khối lượng mẫu thích hợp cho phân tích có kích thước hạt nhỏ hơn 150  $\mu\text{m}$ .

b) Đối với gang dẻo, mẫu để phân tích phải lấy ở tất cả mọi nơi có thể thực hiện được để thu được trước khi nhiệt luyện bằng phương pháp ủ.

Sự ủ là nguyên nhân gây ra sự thiên tích lớn, do đó khi lấy mẫu đã được ủ phải lấy đại diện trên toàn bộ mặt cắt ngang của vật đó. Yêu cầu bảo quản đặc biệt khi lấy mẫu từ vật đúc với chiều dày mặt cắt thay đổi.

Nếu gang phân tích đã được ủ, thì cắt phoi trên toàn bộ mặt cắt ngang, bẻ gãy thành những mẫu nhỏ và nghiền trong cối hoặc đĩa nghiền. Phân loại cỡ hạt thô và hạt mịn bằng cách sử dụng rây 150  $\mu\text{m}$

và xác định khối lượng của mỗi cỡ hạt. Trộn kỹ từng loại cỡ hạt và cân theo phần khối lượng chung để thu được mẫu đại diện cho phân tích.

c) Đối với gang trắng và gang hợp kim, nó có thể thực hiện việc lấy mẫu cho phân tích bằng cách khoan như mô tả trong a).

Khi không thể thực hiện khoan được, cắt những mảnh mỏng từ sản phẩm mẫu hoặc mẫu ban đầu, tốt nhất là cắt trên toàn bộ mặt cắt ngang, sử dụng cưa hoặc nếu cần thiết sử dụng đĩa cắt mài. Nếu sử dụng đĩa cắt mài phải loại bỏ bất cứ vùng nào bị ảnh hưởng nhiệt.

Đập gãy các mảnh thành những mẫu nhỏ và nghiền trong cối nghiền hoặc máy nghiền rung để thu được một khối lượng mẫu thích hợp cho phân tích có kích thước hạt nhỏ hơn 150 µm.

CHÚ THÍCH: Các sản phẩm gang dẻo là đặc biệt nhạy tạo ra thiên tích mangan sunfua nơi mà mangan và lưu huỳnh có tỷ lệ vượt quá 2:1.

### **9.2.3. Mẫu ở dạng khối rắn để phân tích bằng phương pháp nhiệt**

Cắt một miếng mỏng từ sản phẩm mẫu hoặc mẫu ban đầu như đã mô tả trong 9.2.2.2c).

Trong trường hợp vật đúc lớn, lấy một mẫu để phân tích có đường kính là 3 mm đến 5 mm bằng cách sử dụng dụng cụ khoan lấy lõi. Đập gãy mẫu phân tích thành các mẫu nhỏ hoặc sử dụng cưa để lấy một số phần mẫu thử có khối lượng thích hợp cho phân tích. Phân tích số lượng mẫu đại diện và lấy giá trị trung bình. Khối lượng mẫu được lựa chọn như là phần mẫu thử phải không được nhỏ hơn khoảng 0,3 g.

### **9.2.4. Mẫu phân tích bằng phương pháp vật lý**

Dùng cưa hoặc đĩa cắt mài để cắt mẫu cho phân tích có kích thước thích hợp từ sản phẩm mẫu hoặc mẫu ban đầu.

Chuẩn bị bề mặt cắt bằng phương pháp mài bóng sử dụng máy mài đầu cố định hoặc phương pháp đánh bóng, hoặc kết hợp cả hai phương pháp. Khuyến nghị làm nguội trong không khí để tránh mẫu bị quá nhiệt; không sử dụng chất lỏng làm nguội.

Sự lựa chọn, mẫu có thể được chuẩn bị để phân tích bằng phương pháp nấu luyện lại (4.4.5). Đập gãy toàn bộ mặt cắt ngang của mẫu ban đầu thành các mẫu nhỏ. Nấu luyện lại một số mẫu thử đại diện này để thu được một mẫu cho phân tích.

Phương pháp được lựa chọn để nấu luyện lại phải chế tạo ra một mẫu đúc biến trắng có tổ chức gang trắng. Chú ý đặc biệt đến các yêu cầu đã qui định trong 4.4.5 liên quan đến sự mất mát cục bộ của các nguyên tố.

CHÚ THÍCH 1: Máy mài bóng đầu cố định thích hợp hơn máy mài quay trong sự chuẩn bị bề mặt. Máy mài quay có thể không tạo ra bề mặt mẫu phẳng cho phân tích.

CHÚ THÍCH 2: Mẫu được lấy từ các sản phẩm gang đúc có graphit tự do có thể không thích hợp cho phân tích chất lượng cao khi sử dụng phương pháp đo sự phát xạ quang phổ đo huỳnh quang tia X. Trong các trường hợp như vậy, sử dụng các phương pháp phân tích khác thích hợp hơn để thu được mẫu thích hợp, như đã mô tả trong 9.2.2 và 9.2.3.

## **10. Sản phẩm thép**

### **10.1. Qui định chung**

Vị trí và phương pháp lựa chọn mẫu ban đầu hoặc mẫu để phân tích từ sản phẩm phải được thỏa thuận giữa nhà cung cấp và khách hàng theo một trong các phương pháp được mô tả trong 10.2 và 10.3.

Mẫu ban đầu hoặc mẫu để phân tích có thể được lấy từ sản phẩm mẫu tại vị trí được chỉ trong tiêu chuẩn sản phẩm để lựa chọn trong TCVN 4398. Cũng xem 4.3.2.

Những chú ý riêng áp dụng cho lấy mẫu và chuẩn bị mẫu của các sản phẩm thép mạ chì (10.5), và các sản phẩm thép để xác định oxy (10.6) và hydro (10.7).

### **10.2. Lựa chọn mẫu ban đầu hoặc mẫu cho phân tích từ một sản phẩm đúc**

Từ sản phẩm đúc có mặt cắt lớn, lấy một mẫu để phân tích dạng phoi tại các điểm ở lớp giữa mặt ngoài và tâm của tiết diện, bằng cách khoan song song với trục. Nếu cách này không thực hiện được, thì lấy mẫu để phân tích bằng cách khoan từ mặt bên và gom phoi lấy ở phần giữa bề mặt và tâm.

Cũng có thể lựa chọn các lấy mẫu khác khi mà mẫu yêu cầu ở dạng khối rắn, cắt mẫu ban đầu từ sản phẩm bằng máy cắt cơ khí hoặc mổ cắt tại một nửa hoặc một phần tư mặt cắt ngang sản phẩm.

### **10.3. Lựa chọn mẫu ban đầu hoặc mẫu để phân tích từ sản phẩm rèn**

#### **10.3.1. Qui định chung**

Đối với sản phẩm cán, phương pháp lựa chọn mẫu ban đầu phải được thực hiện trên mặt cắt của sản phẩm vuông góc với hướng cán và tại một đầu của sản phẩm.

Các phương pháp lấy mẫu để phân tích ở dạng khối rắn hoặc phoi được mô tả trong 10.3.2 bằng mẫu chuẩn đối với sản phẩm có các mặt cắt ngang khác.

### 10.3.2. Thép hình

Cắt mẫu ban đầu từ sản phẩm mẫu trên mặt cắt ngang thành một lát mỏng.

Để lấy mẫu cho phân tích ở dạng một khối rắn, cắt một mẫu nhỏ từ mẫu ban đầu có kích thước thích hợp cho phương pháp phân tích.

Để lấy mẫu phân tích ở dạng phoi, phay toàn bộ diện tích mặt cắt ngang của mẫu ban đầu. Nơi không thể phay được thì có thể dùng khoan nhưng không được áp dụng cho thép sôi. Vị trí thích hợp nhất để khoan phụ thuộc vào hình dạng của tiết diện, như sau:

a) Đối với mặt cắt có hình dạng đối xứng, ví dụ như phôi dẹt, phôi hình tròn, phôi tấm, lấy phoi bằng cách khoan mặt cắt ngang theo hướng song song với trục dọc tại các điểm ở giữa tâm và các góc (xem các Hình 4a) và Hình 4b)).

b) Đối với mặt cắt có hình dạng phức tạp, ví dụ như, thép góc, thép chữ T, thép chữ U, dầm thép định hình, lấy phoi bằng cách khoan tại các điểm được chỉ ra trong các hình 4c), 4d), 4e), 4f) và 4g) độ hở giữa lỗ khoan đến bề mặt bên cho phép ít nhất là 1 mm.

c) Đối với dạng đường ray, lấy phoi bằng cách khoan một lỗ, có đường kính 20 mm đến 25 mm, trên đầu đường ray tại vị trí ở giữa đường tâm và góc của đường ray [xem các Hình 4h) và Hình 4i)].

Trường hợp không thể khoan vào từ mặt đầu hoặc cắt phoi theo mặt cắt ngang, thì phoi có thể được lấy bằng cách khoan vào phía trong từ bề mặt vuông góc với trục chính.

### 10.3.3. Tấm dày hoặc phôi tấm dẹt

Cắt một mẫu ban đầu, có kích thước thích hợp cho sự chuẩn bị mẫu để phân tích ở dạng khối rắn hoặc phoi, từ điểm chính giữa đường tâm và mép ngoài của tấm dày (trong ví dụ chỉ ra trong Hình 4j)], mẫu ban đầu có chiều rộng 50 mm]. Nơi không thể thực hiện được thì mẫu phải được lấy từ một vị trí được thỏa thuận giữa nhà cung cấp và khách hàng và đại diện cho thành phần cấu tạo của tấm.

### 10.3.4. Thép hình nhỏ, thép thanh thỏi, thép thanh, thép tấm mỏng, thép băng và thép dây cuộn

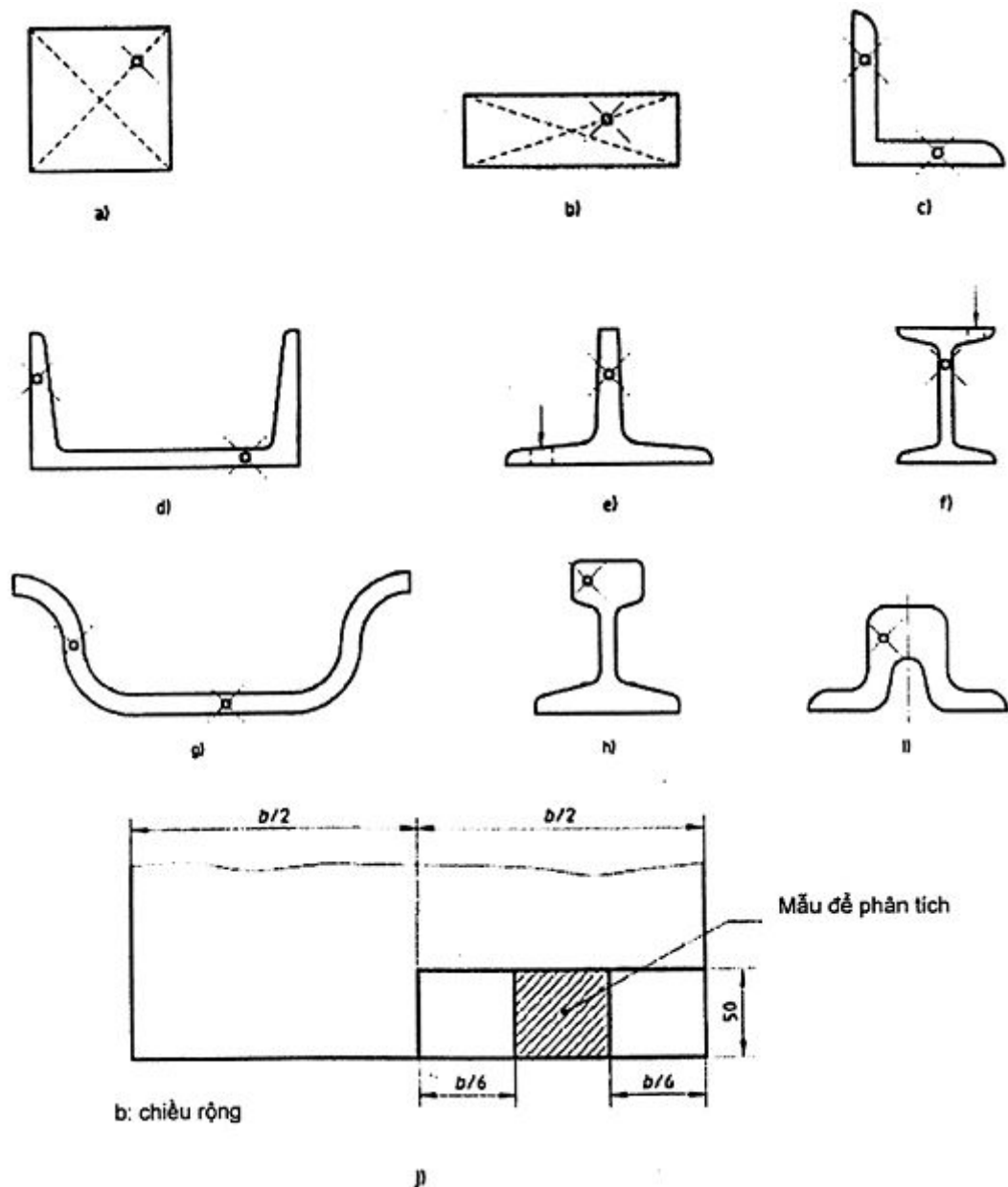
Trường hợp sản phẩm mẫu đủ diện tích mặt cắt ngang, cắt một miếng nhỏ theo hướng ngang để tạo thành mẫu ban đầu và lấy một mẫu cho phân tích như đã mô tả trong 10.3.2.

Trường hợp sản phẩm không đủ mặt cắt để gia công, ví dụ như, một tấm mỏng, băng, sợi, thì kẹp chặt thành bó rồi phay trên mặt cắt ngang để lấy mẫu, hoặc bằng cách cắt thành các chiều dài thích hợp sau đó bó lại, hoặc bẻ gấp lại.

Trường hợp sản phẩm tấm mỏng hoặc băng mỏng nhưng đủ chiều rộng, kẹp chặt thành bó rồi phay trên các mặt cắt ngang hoặc dọc ở vùng giữa đường tâm và mép ngoài của tấm hoặc băng [trong ví dụ chỉ ra Hình 4j)] để thu được một loại mẫu.

Đối với tấm hoặc băng mà chưa biết hướng cán, lấy các đoạn băng theo hai hướng tại các góc phải, và kết hợp thành các mẫu.

Kích thước tính bằng milimet



Hình 4 – Các vị trí lấy mẫu của các thép hình

### 10.3.5. Ống

Lấy mẫu có thể theo một trong các phương pháp sau đây:

- Cắt mẫu ban đầu tại vị trí vuông góc với đường hàn trong sản phẩm hàn.
- Cắt ngang ống và tiện hoặc phay mặt cắt ngang để lấy mẫu cho phân tích ở dạng phoi. Khi ống có mặt cắt ngang nhỏ có thể ép bẹp nhiều ống với nhau trước khi phay.
- Khoan qua thành ống, tại một số vị trí quanh chu vi của nó, để lấy mẫu cho phân tích ở dạng phoi.

## 10.4. Chuẩn bị mẫu phân tích

### 10.4.1. Qui định chung

Phương pháp chuẩn bị mẫu của các sản phẩm thép phải theo các yêu cầu chung được qui định trong 4.4. Các yêu cầu riêng được xem xét như sau.

### 10.4.2. Mẫu phân tích ở dạng phoi

Phoi được lấy bằng cách gia công phải đủ nhỏ để tránh hoặc giảm bớt công nghiền nhỏ tiếp theo cho chuẩn bị mẫu phân tích. Kích thước của phoi phải nhỏ sao cho khối lượng của mỗi phoi khoảng 10 mg (100 phoi cho một gram) đối với thép không hợp kim và hợp kim thấp, và khoảng 2,5 mg (400 phoi một gram) đối với thép hợp kim cao.

Nếu phoi không đủ nhỏ để phân tích thì nghiền chúng trong cối nghiền.

Khi gia công phải dùng phương pháp phân tích thích hợp để không tạo ra phoi quá nhỏ mịn. Trong trường hợp mẫu để phân tích dạng bột nhỏ, kích thước hạt nhỏ hơn khoảng 50  $\mu\text{m}$  (500  $\mu\text{m}$  đối với

graphit, cacbon, lưu huỳnh và các nguyên tố khác có độ nhạy thiên tích phụ thuộc vào kích thước (phoi), tách các hạt thô khỏi các hạt mịn và xác định khối lượng của mỗi loại hạt. Căn theo tỉ lệ phần các loại hạt để thu được mẫu đại diện cho phân tích.

Trong trường hợp mẫu phân tích để xác định nitơ, sự nhiễm bẩn của phoi có thể xuất hiện trong khi gia công do nitơ trong khí quyển xâm nhập vào các hạt mịn. Lấy mẫu cho phân tích bằng gia công mẫu ban đầu phải chọn phương pháp thích hợp để phòng tránh tới mức cao nhất sự tạo thành các hạt nhỏ có kích thước nhỏ hơn khoảng 50 µm và tốt nhất là gia công trong môi trường khí argon. Bảo quản phoi trong hộp kín khí.

Trong trường hợp mẫu để phân tích xác định hàm lượng cacbon trong vật liệu có hàm lượng cacbon rất nhỏ, ví dụ như thép được khử sạch nguyên tử xen kẽ thì phoi của chúng có thể bị nhiễm bẩn bởi các chất có chứa cacbon trong không khí hoặc từ nguồn gốc khác. Phoi phải được bảo quản trong hộp kín khí hoặc tốt nhất là trong môi trường khí trơ. Cách thích hợp hơn cả là khử bỏ cacbon bề mặt phoi trước khi phân tích, ví dụ như bằng phương pháp nung nóng, hoặc xác định sự khác biệt giữa cacbon bề mặt và bên trong. Có thể lựa chọn cách lấy mẫu sau: một phần mẫu thử ở thể rắn phoi phân tích lấy được bằng cách khoan lỗ.

#### **10.4.3. Mẫu phân tích ở dạng khối rắn**

Trong trường hợp sản phẩm có mặt cắt mỏng, như là băng hoặc tấm, các phần mẫu thử để phân tích bằng phương pháp nhiệt có thể được chế tạo bằng cách cắt những mẫu nhỏ từ mép của sản phẩm. Có thể chọn cách lấy phôi dạng chót như sau: có tấm chiều dày 4 mm đến 6 mm có thể lấy mẫu bằng cách đục lỗ.

Trong trường hợp sản phẩm có chiều dày khoảng 1,5 mm hoặc nhỏ hơn, cần thiết giảm vùng nung nóng xảy ra khi phóng điện để chế tạo khi sử dụng phương pháp đo sự phát xạ quang phổ. Ví dụ như các mép của mẫu để phân tích có thể được hàn điện để tạo thành khối thép nhỏ hoặc mẫu có thể bị nhúng vào kim loại nóng chảy, ví dụ như trong thiếc để chừa một bề mặt lộ ra.

#### **10.5. Mẫu thép được mạ chì**

Phải cẩn thận để hạn chế sự tạo ra các hạt bụi bẩn trong toàn bộ quá trình thao tác lấy mẫu và chuẩn bị mẫu.

Lấy mẫu ban đầu từ sản phẩm mẫu bằng cách cưa.

Phoi phải được lấy bằng phương pháp phay với tốc độ thấp để tránh mẫu bị quá nhiệt và nhiễm bẩn.

Thiết bị được sử dụng để chuẩn bị bề mặt mẫu phân tích bằng phương pháp vật lý phải được che kín và có với thiết bị lọc bụi thích hợp.

LƯU Ý: Mặt kim loại bắt nguồn từ sự gia công chuẩn bị bề mặt của thép mạ chì, và bụi từ hệ thống lọc bụi, phải được thu gom và loại bỏ một cách an toàn theo qui định đối với vật liệu rác thải có chứa chì.

#### **10.6. Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu thử để xác định oxy**

##### **10.6.1. Qui định chung**

Đảm bảo tránh mẫu bị nhiễm bẩn và loại bỏ hết các bề mặt oxy hóa tại mỗi giai đoạn lấy mẫu và chuẩn bị mẫu.

Không cho phép dùng tay tiếp xúc với phần mẫu thử; phải sử dụng kẹp trong thao tác bằng tay. Trong trường hợp thép có hàm lượng oxy rất thấp, gia công phần mẫu thử phải được thực hiện trong sự bảo vệ của khí trơ.

##### **10.6.2. Phương pháp lấy mẫu**

Lấy mẫu phải theo một trong các phương pháp được mô tả dưới đây:

a) Cắt mẫu ban đầu có hình dạng thích hợp bằng cưa máy. Ví dụ, mẫu có thể ở dạng một tấm nhỏ hoặc dạng đĩa. Dùng cưa tay cắt phần mẫu thử từ mẫu này có khối lượng đủ cho phân tích.

b) Cắt một mẫu ban đầu ở dạng một miếng mỏng có chiều dày 3 mm đến 4 mm. Làm sạch, đánh bóng bề mặt mẫu bằng giấy mài silic cacbit cỡ hạt 60 và sau đó sửa bavia bằng dụng cụ đĩa quay cầm tay với tốc độ khoảng 30 000 r/min.

Trạng thái bề mặt của mẫu sau khi chuẩn bị phải nhẵn, có ánh kim và không có các khuyết tật.

Khoan một chót từ mẫu có đủ khối lượng cho phân tích để tạo thành một phần mẫu thử bằng mũi khoan lỗ có đường kính 4 mm đến 6 mm. Thực hiện thao tác khoan làm sao để phần mẫu thử rơi vào bình thủy tinh đã được làm sạch bằng khí argon hoặc nitơ và có thể được đậy bằng nắp hoặc nút.

c) Cắt một mẫu ban đầu hình chữ nhật, có chiều rộng khoảng 10 mm và chiều dài khoảng 100 mm. Tiện mẫu bằng máy tiện có tốc độ khoảng 1 000 r/min để thu được mẫu đường kính khoảng 7 mm; tiếp tục tiện với tốc độ tiến dao được điều chỉnh khoảng 0,1 mm đến 0,15 mm cho mỗi vòng với tốc độ 800 r/min đến 1 000 r/min để giảm đường kính mẫu đến 6 mm. Trạng thái bề mặt của mẫu sau khi

chuẩn bị phải nhẵn, có ánh kim và không có các khuyết tật. Không được sử dụng dầu bôi trơn làm nguội trong giai đoạn cuối cùng của quá trình gia công.

Sử dụng cưa tay, cắt một phần mẫu thử từ mẫu đã được tiện có khối lượng thích hợp để phân tích.

### **10.6.3. Chuẩn bị phần mẫu thử**

Trong trường hợp 10.6.2 b), nếu phần mẫu thử và mẫu ban đầu không có lớp oxy hóa, thì phần mẫu thử có thể được sử dụng trực tiếp sau khi nó được thu từ máy đục lỗ (sau khi được bảo quản trong khoảng thời gian hạn chế trong hộp kính). Trong trường hợp 10.6.2 a) và c), đặt phần mẫu thử trên khối phẳng thép không gỉ hoặc một số thiết bị khác để giữ chặt phần mẫu thử; mài bề mặt bằng đĩa mịn hoặc bằng đĩa cát (xem 10.6.2 b)).

Trong trường hợp phần mẫu thử thu được sử dụng phương pháp như mô tả trong 10.6.2 c), bề mặt hình trụ của phần mẫu thử phải đủ phẳng để bỏ qua giai đoạn giữa. Tuy nhiên, một trong hai bề mặt phải được chuẩn bị bằng cách giữa. Những phần mẫu thử trong acetone và sấy khô trong không khí hoặc bằng cách phơi trong chân không thấp; tiến hành phân tích ngay.

Không được làm chậm trễ giữa khâu chuẩn bị phần mẫu thử và phân tích.

## **10.7. Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu để xác định hydro**

### **10.7.1. Qui định chung**

Phương pháp phải được thiết kế sao cho có thể hạn chế và kiểm tra được tốc độ khuếch tán của hydro khỏi mẫu xảy ra trong khi lấy mẫu, bảo quản mẫu, và chuẩn bị phần mẫu thử. Mẫu không được có vết nứt gãy, bề mặt xốp và ẩm ướt. Trạng thái của phần mẫu thử có thể ảnh hưởng mạnh đến phép đo phân tích; độ nhạy của phương pháp phân tích có thể khác đi nếu có nước.

Những tỉ mỉ trong thao tác có quan hệ chặt chẽ với chất lượng phân tích cần đạt được.

Sự mất mát hydro từ mẫu do sự khuếch tán có thể lớn ở nhiệt độ thường, đặc biệt là khi mẫu có mặt cắt ngang mỏng. Cần giữ mẫu ban đầu, mẫu để phân tích và phần mẫu thử ở nhiệt độ thấp tới mức có thể thực hiện được tại tất cả các giai đoạn trong quá trình lấy mẫu, bảo quản và chuẩn bị mẫu. Mẫu để phân tích phải được bảo quản trong môi chất làm lạnh; hoặc là nitơ hóa lỏng hoặc là hỗn hợp của acetone và tuyền cacbonic ở dạng cháo loãng là thích hợp.

Mẫu và phần mẫu thử phải được giữ lạnh khi cắt mẫu và trong khi chuẩn bị phần mẫu thử. Phải sử dụng dòng chất lỏng làm lạnh chảy tràn trong toàn bộ quá trình thao tác gia công mẫu và phần mẫu thử hoặc được làm nguội một cách thường xuyên với tần số cao, hoặc sử dụng kết hợp cả hai phương pháp. Làm lạnh có thể được thực hiện bằng cách nhúng trong ước đá hoặc tốt nhất là trong môi chất làm lạnh. Mẫu có mặt cắt lớn phải được bọc trong tuyết cacbonic bằng phương pháp thích hợp để chất lạnh tiếp xúc tốt với mẫu. Trong các khoảng thời gian chuyển tiếp giữa các khâu gia công, các mẫu cắt thô phải được trả về và bảo quản trong môi chất làm lạnh.

Tất cả màng nước xuất hiện trên bề mặt của phần mẫu thử sau khi làm lạnh phải được làm sạch. Phần mẫu thử phải được nhúng trong acetone và sau đó được sấy khô bằng cách phơi trong chân không thấp trong vài giây.

Mẫu không được làm lạnh hoặc bảo quản thích hợp phải bị loại bỏ.

Chuẩn bị bề mặt phần mẫu thử bằng cách mài phải được giữ ở mức tối thiểu, đủ để làm sạch lớp oxyt và lớp khuyết tật bề mặt. Phần mẫu thử phải được phân tích ngay sau khi chuẩn bị mẫu.

### **10.7.2. Phương pháp lấy mẫu**

Theo dạng hình học của mẫu hoặc sản phẩm, sử dụng máy công cụ thích hợp để chuẩn bị mẫu ban đầu bằng phương pháp tiện, phay, cưa, cắt, khoan .v.v.

Từ một sản phẩm đúc hoặc rèn, lấy một mẫu để phân tích có kích thước thích hợp ở phần trung tâm nơi tập trung hydro.

Từ một sản phẩm rèn dài, sử dụng cưa hoặc đĩa cắt, lấy mẫu ban đầu tại vị trí chính giữa đường tâm sản phẩm và cạnh bên, và tại khoảng cách từ đầu ít nhất nửa mặt cắt ngang. Từ mẫu ban đầu, cắt một mẫu nhỏ có kích thước thích hợp để tiện sử dụng máy tiện để lấy mẫu cho phân tích.

Bảo quản mẫu phân tích trong môi chất làm lạnh.

### **10.7.3. Chuẩn bị phần mẫu thử**

Từ mẫu phân tích, cắt một phần mẫu thử đủ khối lượng theo cách thích hợp nhằm hạn chế sự làm nóng mẫu. Làm lạnh mẫu một cách thường xuyên với tần suất cao.

Chuẩn bị bề mặt phần mẫu thử bằng phương pháp mài, phun hạt mài để làm sạch hoặc đánh bóng nhẹ. Phương pháp mài thường là dùng đĩa mịn, đĩa bằng tay. Nếu sử dụng phương pháp phun hạt mài, thì máy phun hạt phải được sử dụng riêng cho mục đích này để tránh nhiễm bẩn lên phần mẫu thử do hạt mài. Nếu sử dụng phương pháp đánh bóng, thì làm nguội phần mẫu thử ở các khoảng thời gian thường xuyên với tần suất cao.

Tẩy dầu mỡ trên phần mẫu thử bằng cách nhúng vào axeton, sấy khô bằng cách phơi trong chân không thấp và phân tích nhanh. Sự lựa chọn, phần mẫu thử có thể được chuẩn bị để phân tích bằng cách nhúng vào trong rượu propylic-2 (rượu isopropylic) và sau đó được sấy với khí etan.

## PHỤ LỤC A

(Tham khảo)

### CÁC ĐẦU DÒ LẤY MẪU GANG VÀ THÉP LÔNG

#### A.1. Qui định chung

Các đầu dò sử dụng một lần để lấy mẫu gang và thép lỏng gồm có một khuôn nhỏ được làm từ thép dập, vật liệu gốm hoặc ống thạch anh, và được đặt trong ống các tông có thành dày bảo vệ.

Phạm vi các loại đầu dò lấy mẫu khác nhau có giá trị thương mại. Những đặc trưng chính được mô tả trong A.2 đến A.4 với các ví dụ nêu trong Hình A.1 đến A.6.

Các kích thước nêu trong phụ lục này chỉ là biểu thị.

#### A.2. Đầu dò lấy mẫu nhúng

**A.2.1.** Đầu dò nhúng chìm có thể được nhúng vào mẻ luyện hoặc bằng tay hoặc bằng phương pháp cơ học sử dụng vòi phun của ống dẫn thép được lắp đặt vào ống các tông hoặc được kẹp chặt trực tiếp với hệ thống đầu dò. Sự thay đổi khoảng thời gian nhúng phụ thuộc vào thiết kế đầu dò và các điều kiện lấy mẫu, riêng cho từng nhiệt độ của mẻ luyện, nhưng thường nằm giữa 3 s và 8 s.

Vòi phun được chế tạo sao cho không khí từ độ rỗng khuôn đúc và khí được sinh ra trong khi cháy các tông có thể thoát dễ dàng. Thanh điều khiển được lồng lắp vào để điều khiển vòi phun trong khi nhúng và lấy ra.

Khi lấy mẫu từ gầu rót và thùng tinh luyện lần hai, hệ thống cơ khí có thể được sử dụng để nâng và hạ vòi phun.

Một số loại đầu dò kết hợp một cặp nhiệt trong ống thạch anh cạnh buồng mẫu để đo nhiệt độ. Nơi sử dụng lò luyện thép thổi oxy và hệ thống khuôn đúc có thể được lắp với bộ dò đo thành một tổ hợp để lấy mẫu cho phòng thí nghiệm phân tích.

**A.2.2.** Đầu dò có buồng đúc, sự điền kim loại lỏng vào khuôn dựa vào áp suất tĩnh của kim loại lỏng gồm có khuôn ghép bằng thép được giữ trong ống các tông bằng vành vật liệu chịu lửa. Khuôn đúc có ống thạch anh dẫn vào từ đáy với nắp bảo vệ là thép mỏng để ngăn cản sự xâm nhập của xỉ và bất cứ tạp chất nào khác. Ống các tông, rất dài từ 200 mm đến 1500 mm hoặc dài hơn, có thể được bọc từng phần với vật liệu chịu lửa để giảm thiểu sự bắn tóe trong khi nhúng.

Loại đầu dò này được sử dụng chính để lấy mẫu thép lỏng trong lò và thùng rót; hai dạng khác nhau được nêu trong Hình A.1.

**A.2.3.** Mẫu được lấy bằng đầu dò, loại này có thể thay đổi hình dạng theo ba loại chính được đánh dấu như sau.

a) Mẫu đầu dò dạng đĩa và ống ví dụ trong Hình A.2a); có thể sử dụng đĩa thích hợp để phân tích bằng phương pháp vật lý, và ống nếu được yêu cầu, để phân tích bằng phương pháp nhiệt. Đĩa có thể là hình ovan, hình tròn hoặc một số hình dạng tương tự khác.

b) Mẫu đầu dò dạng đĩa và ống với số chốt được kẹp chặt với đĩa; chốt có khối lượng 0,5 g và 1 g có thể được bẻ gãy dễ dàng ra khỏi đĩa và có thể được sử dụng, nếu được yêu cầu, như là các phần mẫu thử trong phương pháp phân tích nhiệt.

c) Mẫu đầu dò có bạc ví dụ như trong Hình A.2b), phần của đĩa bị giảm chiều dày thích hợp để đục lấy phôi. Phôi có đường kính 4 mm đến 6 mm và được sử dụng như là phần mẫu thử trong phương pháp phân tích nhiệt. Phần mẫu có độ dày hơn của đĩa được sử dụng để phân tích bằng phương pháp vật lý. Mẫu đầu dò có độ cứng Rockwell lớn hơn khoảng 25 HRC có thể yêu cầu nhiệt luyện trước khi khoan.

**A.2.4.** Loại đầu dò nêu trong Hình A.3, kim loại lỏng điền đầy khuôn nhờ lực hút, bao gồm khuôn đúc hình trụ hai phần hoặc bốn phần thép gồm có một hệ thống chịu lửa và được kẹp chặt với ống các tông.

Khuôn đúc có cửa vào bên cạnh được bảo vệ bằng một số phương pháp để ngăn cản sự xâm nhập của xỉ. Hệ thống có thể được bọc lớp vật liệu chịu lửa để giảm thiểu sự bắn tóe trong khi nhúng. Toàn bộ chiều dài của hệ thống ống các tông là 400 mm đến 800 mm. Thời gian nhúng thường là 2 s hoặc 3 s.

Loại đầu dò này được sử dụng thích hợp ở nơi mà loại mẫu dạng đĩa và ống không thích hợp cho phân tích. Chúng được sử dụng để lấy mẫu từ thép và gang lỏng trong gầu rót, và từ thép lỏng trong



khuôn đúc thép thổi và trong các máng phân phối đúc liên tục. Mẫu tiêu chuẩn có đường kính 30 mm và chiều dài 70 mm.

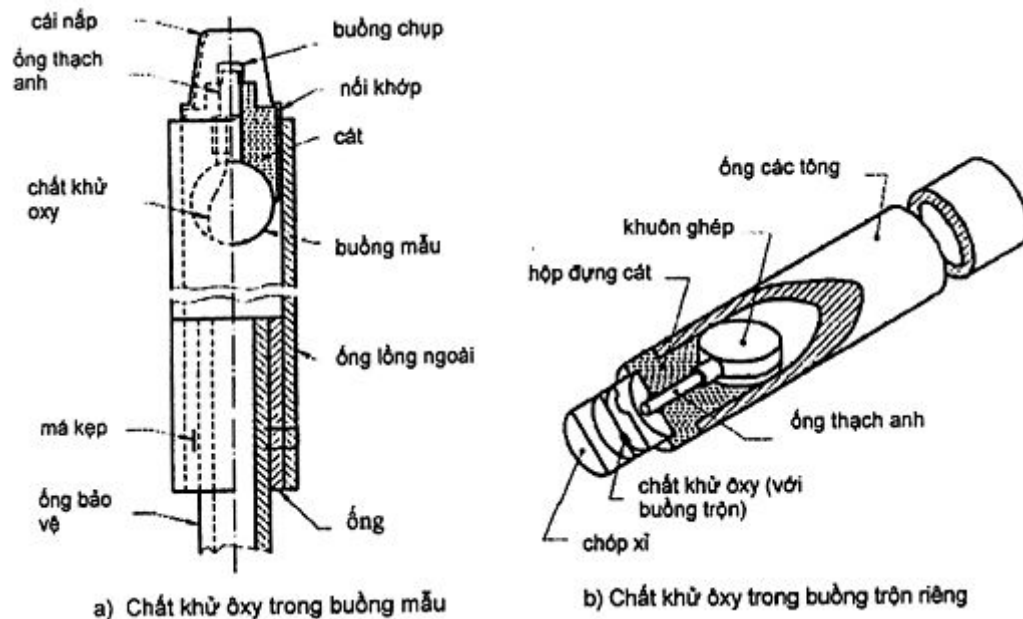
**A.2.5.** Đầu dò kiểu đặc biệt được sử dụng để lấy mẫu gang lỏng trong máng ra lò gang cao, và xe chuyển và gàu chuyển. Đầu dò này được lắp các tấm thép làm nguội có chiều dài thay đổi để đảm bảo mẫu gang lỏng được làm nguội rất nhanh. Hai loại khác nhau được mô tả trong a) và b).

a) Loại đầu dò được điền đầy áp suất kim loại dẫn (A.2.2) với kết cấu dựa vào sự sử dụng hoặc thành dày, khuôn ghép bằng thép hoặc bằng tấm làm nguội bằng thép, để cung cấp một mẫu dạng đĩa và ống có số chốt được cố định với đĩa.

Loại đầu dò này được nêu trong Hình A.4. Đĩa của mẫu có thể có chiều dày khác nhau từ 8 mm đến 12 mm. Ống có đường kính đặc trưng 4 mm. Thời gian nhúng thay đổi từ 5 s đến 9 s phụ thuộc vào sự áp dụng.

b) Đầu dò được thiết kế để loại bỏ nguy cơ thất thoát gang lỏng khi lấy mẫu mẻ luyện rất lỏng. Đường vào khuôn đúc có một hoặc nhiều tấm làm nguội bằng thép và được giữ trong một khối cát cố định với ống các tông.

Loại đầu dò này có thể kết hợp từng phần hoặc liên kết với khuôn dạng ống. Mẫu có đường kính đặc trưng là 35 mm với chiều dày thay đổi từ 4 mm đến 12 mm phụ thuộc vào tổ chức kim loại yêu cầu. Mẫu ống tùy trọng có đường kính 6 mm và chiều dài 45 mm.

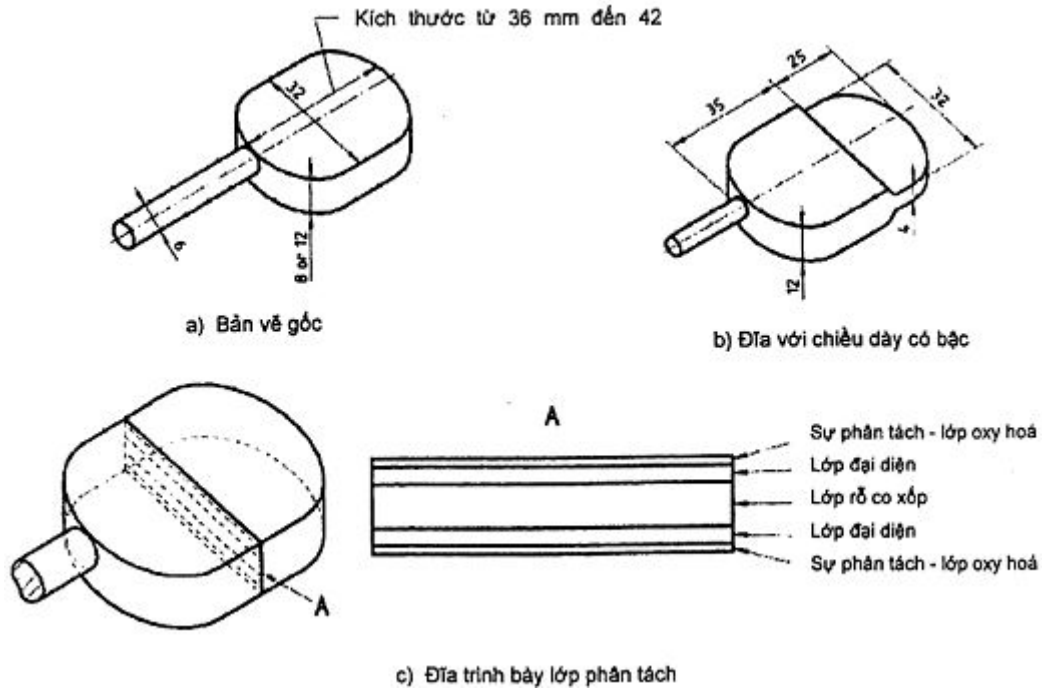


**Hình A.1 – Ví dụ về các đầu dò nhúng được điền đầy áp suất kim loại dẫn**

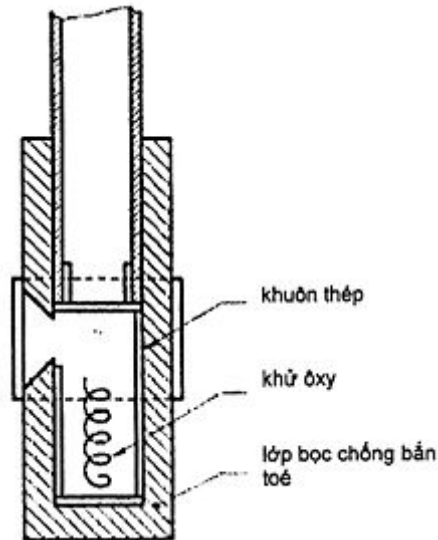
**A.2.6.** Đầu dò được thiết kế riêng sử dụng để lấy mẫu thép lỏng trong lò cảm ứng chân không.

Ví dụ, dụng cụ lấy mẫu dạng ống được làm từ vật liệu chịu lửa được đặt trong lò có hệ thống chất tải và treo trên dây cáp cho phép đưa vào mẻ luyện theo hướng vuông góc bằng phương pháp trọng lực. Mẫu dạng hình trụ có đường kính 35 mm.

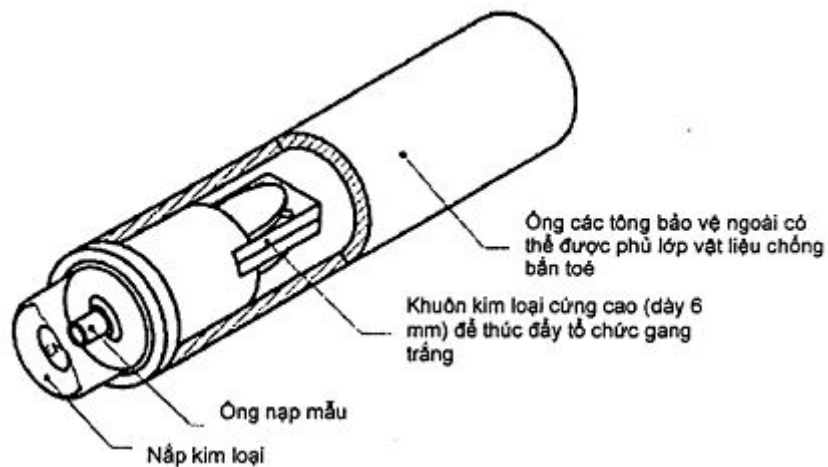
Kích thước tính bằng milimet



Hình A.2 – Ví dụ về mẫu dạng đĩa và ống



Hình A.3 – Ví dụ về đầu dò mẫu nhúng được điền đầy bằng lực hút



Hình A.4 – Ví dụ đầu dò nhúng sử dụng cho mẫu gang lỏng từ lò luyện gang

**A.2.7.** Bộ đầu dò được sử dụng với vòi phun phụ trong sản xuất thép lò thổi bazơ có thể lồng lắp vào khuôn đúc để lấy mẫu thép lỏng. Loại khuôn được mô tả trong A.2.2 có thể được sử dụng cả trong trường hợp vòi phun phụ dùng trong thổi ôxy (quá trình thổi vào) và khi oxy không được thổi (quá

trình kết thúc thổi). Trong trường hợp thổi vào, khuôn đúc có kết cấu khác có thể được sử dụng để lấy mẫu dạng hình chữ nhật 40 mm x 30 mm và chiều dày 20 mm.

Bộ điển hình, nêu trong Hình A.5, bao gồm đầu dò để đo điểm dừng đường pha lỏng, nhiệt độ và vùng ôxy, và xếp vào khuôn đúc chữ nhật có sử dụng đường dẫn vào để lấy mẫu trong quá trình đo.

### **A.3. Đầu dò lấy mẫu theo dòng**

Loại đầu dò được nêu trong Hình A.6a) bao gồm khuôn ghép bằng thép với một ống thạch anh vào để hồ được giữ bằng chốt trong các ống các tông có chiều dài 10 mm đến 225 mm. Mẫu là loại đĩa và chốt.

Khuôn đúc để lấy mẫu gang lỏng có nhiều dạng thiết kế khác nhau.

Vòi phun trong đầu dò lấy mẫu theo dòng được thiết kế sao cho đầu dò có thể định vị trong dòng kim loại với góc 45°; một số đồ gá đỡ đầu dò có thể được cung cấp kèm theo. Thời gian lấy mẫu thường là 2 s.

Loại đầu dò này được sử dụng để lấy mẫu gang và thép lỏng chảy từ gầu rót.

### **A.4. Đầu dò lấy mẫu hút**

Loại đầu dò nêu trong Hình A.6b) bao gồm khuôn ghép bằng thép được định vị bằng chốt trong ống các tông, chiều dài khoảng 125 mm. Khuôn có ống thạch anh đầu vào được để lộ với lớp bảo vệ để ngăn cản xỉ và bụi vật đúc xâm nhập vào. Không khí được loại bỏ khỏi khuôn để tạo chân không cục bộ bằng máy bơm tay hoặc máy bơm ống khuếch tán khí nén. Thời gian lấy mẫu thường là 2 s.

Loại đầu dò này được sử dụng lấy mẫu thép trong lò nhỏ, khuôn đúc thổi, khuôn đúc liên tục và các thùng rót trung gian. Mẫu là loại đĩa và ống.

### **A.5. Thiết bị khử ôxy trong đầu dò lấy mẫu**

Đầu dò được sử dụng để lấy mẫu thép lỏng có tính oxy hóa và sulfi bọt do có chứa chất khử ôxy, thường là dây hoặc hạt nhỏ được cho vào đầu dò bằng phương pháp thích hợp để đảm bảo cho nó phân tán đều trong thép lỏng. Các phương pháp được sử dụng để đo chất khử ôxy vào trong đầu dò và ví dụ như:

- Chất khử oxy trong buồng mẫu của nó, như được nêu trong các Hình A.1a) và Hình A.3;
- Chất khử oxy trong ống dẫn vào buồng mẫu;
- Chất khử oxy trong buồng riêng, chất khử ox và thép lỏng được trộn kỹ trước khi thép đi vào buồng mẫu, như được nêu trong Hình A.1b); một số đầu dò có buồng trộn thứ hai.

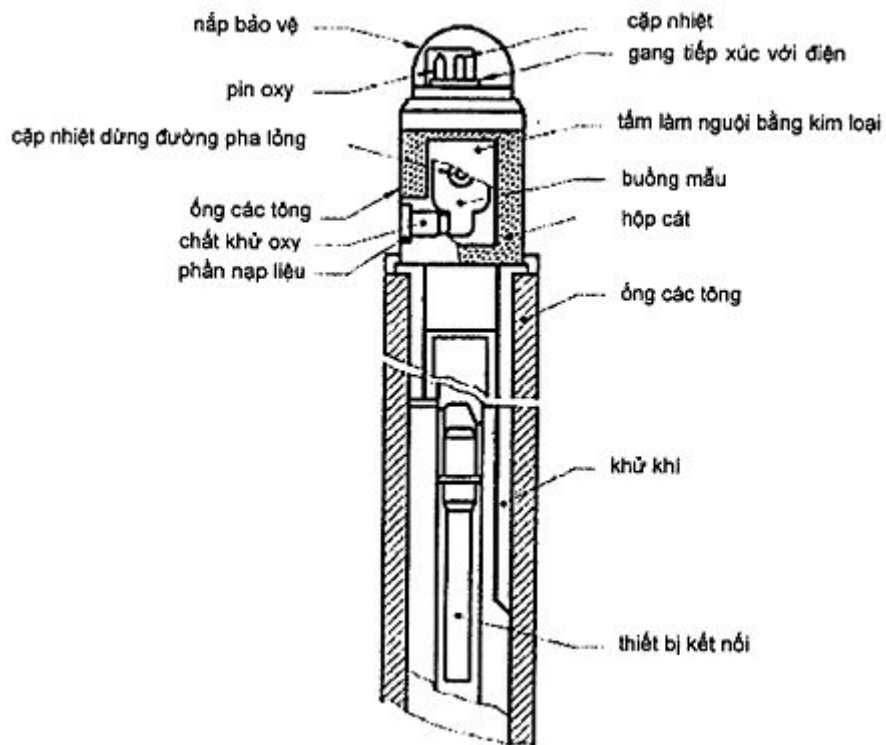
Nhôm (Al), ziriconi (Zr) hoặc titan (Ti) thường được sử dụng như là chất khử oxy tùy thuộc loại mẻ luyện và các yêu cầu phân tích.

### **A.6. Chất lượng mẫu**

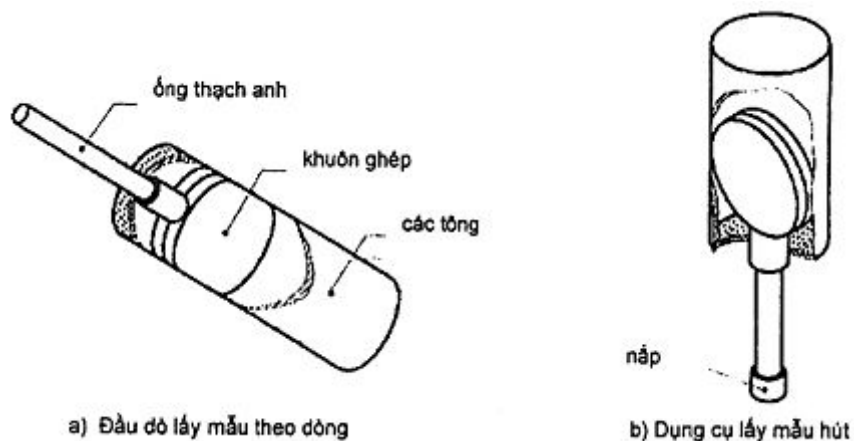
**A.6.1.** Ngoài các khuyết tật có mặt và lớp oxyt trên bề mặt của mẫu dạng đĩa, các lớp bề mặt đĩa có thể xảy ra sự thiên tích và phân lõi mẫu có thể rỉ xốp và co ngót hoặc các ảnh hưởng nhiệt khác như được nêu trong Hình A.2c). Phải hết sức cẩn thận để đảm bảo các quá trình chuẩn bị bề mặt đĩa cho phân tích bằng phương pháp vật lý sao cho lớp kim loại lộ ra đại diện thành phần hóa học của mẫu.

Bề mặt mẫu dạng đĩa đúc từ thép lỏng cần được hút bỏ từ 1 mm đến 2 mm, để lộ phần mẫu tích hợp cho phương pháp phân tích vật lý đã lựa chọn.

**A.6.2.** Tổng khối lượng vật liệu được loại bỏ khỏi bề mặt biến trắng của mẫu đúc từ gang lỏng được quyết định bởi tổ chức kim loại của mẫu, tổ chức này thay đổi tùy theo độ dày của đĩa. Loại đầu dò lấy mẫu được sử dụng và phương pháp chuẩn bị mẫu đĩa phải được lựa chọn để cung cấp tổ chức bề mặt hoặc gan trắng hoặc gang xám theo các yêu cầu của phương pháp phân tích.



Hình A.5 – Ví dụ hệ thống đầu dò vòi phun phụ có buồng mẫu



Hình A.6 – Ví dụ dụng cụ lấy mẫu theo dòng và dụng cụ lấy mẫu hút

## PHỤ LỤC B

(Tham khảo)

### ĐẦU DÒ LẤY MẪU THÉP LỎNG ĐỂ XÁC ĐỊNH HYĐRÔ

#### B.1. Qui định chung

Các đầu dò sử dụng một lần để lấy mẫu thép lỏng để xác định hydro thường gồm có một khuôn đúc được làm từ thép dập hoặc ống thạch anh được định vị trong ống các tông có thành dày bảo vệ.

Đầu dò được thiết kế để lấy mẫu dạng ống hoặc dạng bút chì, có đường kính từ 7 mm đến 12 mm và chiều dài từ 75 mm đến 150 mm, từ thép lỏng trong gầu rót, khuôn đúc thổi, và thùng rót trung gian đúc liên tục và khuôn đúc.

Một vài đầu dò lấy mẫu có giá trị thương mại, các đặc điểm chính của các dụng cụ này được mô tả trong B.2 và B.3 với ví dụ nêu trong Hình B.1.

Kích thước nêu trong phụ lục chỉ để tham khảo.

#### B.2. Đầu dò lấy mẫu nhúng

Hai loại đầu dò lấy mẫu nhúng có thể được phân biệt như sau:

a) Loại đầu dò được nêu trong Hình B.1a) gồm có một ống thạch anh, đường kính từ 7 mm đến 9 mm, được đựng trong ống các tông bảo vệ. Đỉnh ống mở và đáy ống được đậy bằng lá nhôm để ngăn

cản sự xâm nhập của các tạp chất. Ống các tông có chiều dài từ 250 mm đến 400 mm để dùng cho các điều kiện lấy mẫu khác nhau và có lớp chống bắn tóe bằng vật liệu chịu lửa.

Loại đầu dò này được sử dụng để lấy mẫu thép lỏng ở nhiệt độ gần điểm đường pha lỏng của thép.

b) Loại đầu dò được nêu trong Hình B.1b) gồm có ống thạch anh để hở, đường kính trong từ 10 mm đến 12 mm, được lồng trong ống các tông. Đỉnh ống mở hoặc có thể được đậy bằng lá nhôm. Ống có cửa vào bên cạnh được đậy lá nhôm. Bên trong có thể có dây nhôm là chất khử oxy, khối lượng danh nghĩa khoảng 0,1 g.

Loại đầu dò này được áp dụng rộng rãi để lấy mẫu thép lỏng.

### B.3. Đầu dò lấy mẫu hút

Hai loại đầu dò lấy mẫu hút cơ bản có thể được phân biệt như sau:

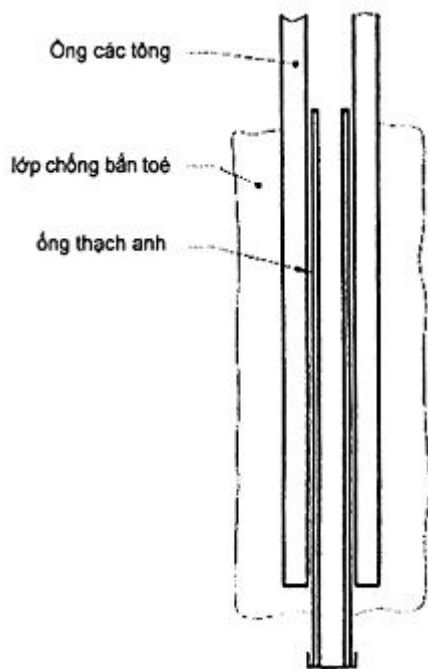
a) Loại đầu dò chân không nêu trong Hình B.1c) gồm có một ống thép và một buồng mẫu được làm bằng gang siêu sạch có đường kính 4 mm. Đầu dò được lồng trong ống các tông và được bao bọc bằng vật chịu nhiệt và có thể bỏ lớp xỉ bảo vệ.

Nhúng trong mẻ luyện, các mẻ luyện dễ chảy và thép lỏng được hút vào buồng mẫu chân không sau đó bị lại bằng kim loại hóa rắn, do đó đầu dò kín. Hydro khuếch tán khỏi mẫu được giữ lại trong buồng chân không ngoài và được đo sau khi đầu dò được đặt trong thiết bị phân tích được thiết kế riêng và xuyên thủng sau đó.

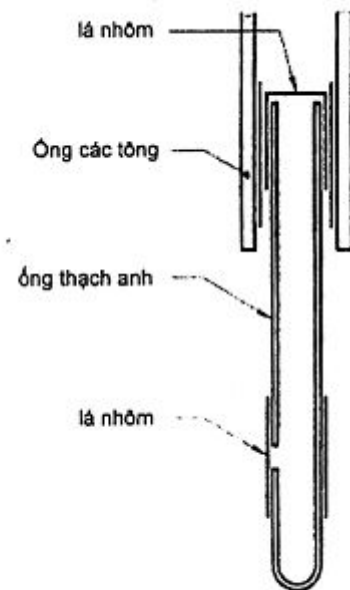
Bất cứ hydro dư nào còn lại trong mẫu có thể được đo riêng sau khi tháo mẫu cùng với buồng mẫu.

Loại đầu dò nêu trong Hình B.1c) được làm bằng ống thủy tinh chịu nhiệt chân không ( $< 10^{-2}$  torr). Ưu điểm của loại đầu dò lấy mẫu này là bên trong đầu dò được bảo vệ chống nhiễm bẩn cho đến khi nó được điền đầy.

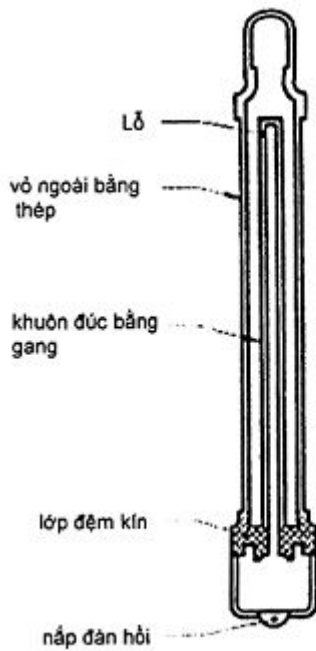
b) Loại đầu dò nêu trong Hình B.1d) gồm có khuôn ghép làm bằng thép dập, có đường kính trong 7 mm đến 9 mm và chiều dài 75 mm, với ống đầu vào thạch anh. Khuôn được giữ trong ống các tông bằng vòng kẹp. Không khí được loại bỏ khỏi khuôn để tạo chân không cục bộ bằng máy bơm ống khuếch tán khí nén.



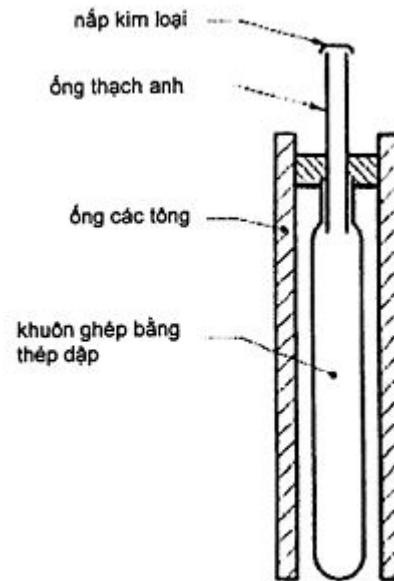
a) Đầu dò lấy mẫu nhúng



b) Đầu dò lấy mẫu nhúng



c) Đầu dò lấy mẫu chân không



d) Đầu dò lấy mẫu hút

Hình B.1 – Ví dụ các đầu dò được sử dụng để lấy mẫu thép để xác định hydro

## MỤC LỤC

Lời nói đầu

1. Phạm vi áp dụng
2. Tài liệu viện dẫn
3. Định nghĩa
4. Yêu cầu lấy mẫu và chuẩn bị mẫu
5. Gang lỏng dùng để sản xuất thép và sản xuất gang thổi
6. Gang lỏng để sản xuất gang đúc
7. Thép lỏng để sản xuất thép
8. Gang thổi
9. Sản phẩm gang đúc
10. Sản phẩm thép

Phụ lục A (tham khảo): Các đầu dò lấy mẫu gang và thép lỏng

Phụ lục B (tham khảo): Đầu dò lấy mẫu thép lỏng để xác định hydro