

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 8520:2010

ISO 13902:1997

Xuất bản lần 1

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

*Steel and iron – Determination of high sulfur content – Infrared absorption
method after combustion in an induction furnace*

HÀ NỘI - 2010

Lời nói đầu

TCVN 8520:2010 hoàn toàn tương với ISO 13902:1997.

TCVN 8520:2010 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC 17 *Thép* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Thép và gang - Xác định hàm lượng lưu huỳnh cao - Phương pháp hấp thụ hồng ngoại sau khi đốt trong lò cảm ứng

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

1 Phạm vi áp dụng

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

Phương pháp này áp dụng cho hàm lượng lưu huỳnh trong khoảng 0,10 % (khối lượng) và 0,35 % (khối lượng).

2 Tài liệu viện dẫn

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

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

TCVN 6910-1:2001 (ISO 5725-1:1994), *Độ chính xác (độ đúng và độ chụm) của phương pháp đo và kết quả đo - Phần 1: Nguyên tắc và định nghĩa chung.*

TCVN 6910-2:2001 (ISO 5725-2:1994), *Độ chính xác (độ đúng và độ chụm) của phương pháp đo và kết quả đo. Phần 2: Phương pháp cơ bản xác định độ lặp lại và độ tái lập.*

TCVN 6910-3:2001 (ISO 5725-3:1994), *Độ chính xác (độ đúng và độ chụm) của phương pháp đo và kết quả đo. Phần 3: Các thước đo trung gian độ chụm của phương pháp đo tiêu chuẩn.*

ISO 565:1990, *Test sieves – Metal wire cloth, perforated metal plate and electroformed sheet – Nominal sizes of openings (Bộ sàng mẫu – Lưới sợi kim loại, tấm đột lỗ và băng tạo lỗ điện hoá - Kích thước biểu kiến của lỗ sàng).*

TCVN 8520:2010

3 Nguyên tắc

Đốt mẫu thử cùng với chất trợ dung ở nhiệt độ cao trong lò cao tần có dòng oxy tinh khiết đi qua.

Chuyển đổi lưu huỳnh sang khí sunfuro.

Đo độ hấp thụ tia hồng ngoại của khí sunfuro được dòng oxy mang tới.

4 Thuốc thử và vật liệu

Trong quá trình phân tích, nếu không có yêu cầu nào khác, thì chỉ sử dụng thuốc thử có độ tinh khiết phân tích.

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

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

4.2 Sắt tinh khiết, hàm lượng lưu huỳnh thấp đã biết (hoặc được xác định như trong 7.4), nhỏ hơn 0,0005 % (khối lượng).

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

4.4 Magie peclorat khan [$Mg(ClO_4)_2$], kích thước hạt: từ 0,7 mm đến 1,2 mm.

4.5 Chất trợ dung: vonfram, không chứa lưu huỳnh, hoặc với hàm lượng lưu huỳnh đã biết nhỏ hơn 0,0005 % (khối lượng).

CHÚ THÍCH 1: Kích thước hạt của chất trợ dung tùy thuộc vào kiểu máy sử dụng.

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

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

5 Thiết bị, dụng cụ

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

Dụng cụ dùng để đốt trong lò cao tần và sau đó dùng để đo sự hấp thụ tia hồng ngoại của khí lưu huỳnh dioxit thoát ra, dụng cụ này có thể mua từ một số hãng sản xuất. Tiếp đó là các hướng dẫn vận hành thiết bị của hãng sản xuất.

Đặc tính của các thiết bị chào hàng được nêu trong Phụ lục A.

5.1 Cân vi lượng, cân có độ chính xác 0,001 mg.

5.2 Chén sứ, có khả năng chịu đốt nóng trong lò cảm ứng.

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

5.3 Tấm lọc sợi thủy tinh, cất nhỏ bằng đường kính miệng chén và nung 12 h ở 450 °C.

6 Lấy và chuẩn bị mẫu

Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu phải thực hiện phù hợp với TCVN 1811. Mẫu phân tích phải được trộn đều trước khi cân mẫu. Mẫu dạng bột phải được trộn đều bằng cách khuấy đều (xem điều 9).

7 Cách tiến hành

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

7.1 Ổn định thiết bị

Làm sạch nguồn oxy cấp bằng các ống có chứa vụn sứ trơ được ngâm tẩm natri hydroxit (4.7) và magie peclorat (4.4) và giữ tốc độ dòng khí không đổi trong thời gian chờ. Kiểm tra phễu lọc chứa bông thủy tinh hoặc phễu có vách ngăn bằng thép không gỉ làm bộ phận gom bụi bẩn. Làm sạch và thay đổi phễu khi cần. Buồng lò, trụ giá nâng và ống lọc phải được làm sạch thường xuyên để loại bỏ oxyt tụ lại.

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

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

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

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

TCVN 8520:2010

Chọn mẫu tiêu chuẩn được cấp chứng chỉ có hàm lượng lưu huỳnh gần với hàm lượng lưu huỳnh lớn nhất trong loạt đường chuẩn, đo hàm lượng lưu huỳnh của mẫu chuẩn theo cách như đã quy định trong 7.4.

Điều chỉnh số ghi của thiết bị so với trị số mẫu tiêu chuẩn.

Điều quan trọng là, việc điều chỉnh này phải được thực hiện trước khi xây dựng đường chuẩn quy định trong 7.5. Không được thay thế hoặc chỉnh sửa đường chuẩn.

7.2 Mẫu phân tích

Tẩy dầu mỡ mẫu thử bằng cách rửa trong dung môi thích hợp (4.3). Phải chú ý sấy nóng để làm bay hơi hết các vết dung môi sót lại.

Dùng cân có độ chính xác 0,001 g, cân 0,5 g mẫu phân tích (xem điều 9) và thêm vào $0,5 \text{ g} \pm 0,001 \text{ g}$ bột sắt tinh khiết (4.2) (xem chú thích 2).

CHÚ THÍCH 2: Khối lượng mẫu phân tích và chất trợ dung có thể tùy thuộc vào loại thiết bị sử dụng.

7.3 Thí nghiệm trắng

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

Chuẩn bị một chén sứ (5.2), dùng một cái nhíp nhỏ đặt tấm lọc sợi thủy tinh xuống đáy chén. Cho vào 1,000 g sắt tinh khiết (4.2) và $1,5 \text{ g} \pm 0,1 \text{ g}$ chất trợ dung (4.5).

Thao tác chén có chứa các chất như được quy định trong đoạn thứ hai và thứ ba của 7.4

Ghi lại kết quả đọc được của các thí nghiệm trắng và chuyển đổi sang miligam lưu huỳnh bằng đồ thị chuẩn (xem 7.6).

Giá trị trung bình kết quả thí nghiệm trắng (m_1) được tính từ hai giá trị kết quả thí nghiệm trắng (xem chú thích 3).

CHÚ THÍCH 3 : Điều cơ bản là, kết quả trung bình thí nghiệm trắng không vượt quá 0,005 mg lưu huỳnh và hiệu giữa hai kết quả thí nghiệm trắng không được vượt quá 0,003 mg lưu huỳnh. Nếu các giá trị này cao bất thường, phải nghiên cứu và loại trừ các nguồn gây sai lệch.

7.4 Hàm lượng lưu huỳnh trong sắt tinh khiết

Xác định hàm lượng lưu huỳnh trong sắt tinh khiết (4.2) như sau:

Chuẩn bị 2 chén sứ (5.2), dùng một cái nhíp nhỏ đặt tấm lọc bằng sợi thủy tinh xuống đáy chén.

Cho vào 0,500 g sắt tinh khiết (4.2) vào một chén và 1,000 g vào chén còn lại. Phủ lên trên mỗi chén $1,5 \text{ g} \pm 0,1 \text{ g}$ chất trợ dung (4.5).

Thao tác chén có chứa các chất như được quy định trong đoạn thứ hai và thứ ba của 7.5.

Khối lượng (m_2) của lưu huỳnh với 0,500 g sắt tinh khiết thêm vào được tính bằng cách lấy kết quả lưu huỳnh (m_4) tương ứng với 1,000 g sắt tinh khiết trừ đi kết quả lưu huỳnh (m_3) tương ứng với 0,5 g sắt tinh khiết. Khối lượng (m_5) của lưu huỳnh của 1,000 g sắt tinh khiết cho vào cao gấp hai lần khối lượng (m_2) lưu huỳnh của 0,500 g sắt tinh khiết cho vào:

$$m_5 = 2 \times m_2 = 2 \times (m_4 - m_3)$$

7.5 Cách xác định

Chuẩn bị một chén sứ (5.2), dùng một cái nhíp nhỏ đặt tám lọc bằng sợi thủy tinh xuống đáy chén. Cho vào khối lượng mẫu phân tích (7.2) và sắt tinh khiết (4.2) (xem 7.2) và phủ lên trên với $1,5 \text{ g} \pm 0,1 \text{ g}$ chất trợ dung (4.5).

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

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

7.6 Dụng đồ thị chuẩn

7.6.1 Chuẩn bị loạt mẫu chuẩn

Chuẩn bị tám chén sứ (5.2), dùng một cặp nhíp nhỏ đặt một tám lọc bằng sợi thủy tinh xuống đáy chén.

Dùng cân vi lượng (5.1) với độ chính xác 0,001 mg, cân muối bari sunfat (4.6) với độ sai lệch ít nhất có thể với lượng cân nêu trong Bảng 1.

Thêm vào 1,000 g sắt tinh khiết (4.2) và phủ lên trên với $1,5 \text{ g} \pm 0,1 \text{ g}$ chất trợ dung (4.5).

7.6.2 Tiến hành đo

Thao tác chén có chứa các chất như được quy định trong đoạn thứ hai và thứ ba của 7.5

7.6.3 Vẽ đồ thị chuẩn

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

Dựng đồ thị chuẩn bằng cách vẽ các số ghi thực trên máy ứng với số miligam lưu huỳnh của từng mẫu chuẩn trong dãy chuẩn

Bảng 1 - Dãy chuẩn

Khối lượng bari sunfat (4.6) mg	Khối lượng lưu huỳnh lấy vào chén sứ mg	Hàm lượng lưu huỳnh trong mẫu phân tích %(khối lượng)
0 ¹⁾	0	0
3,64	0,50	0,10
5,46	0,75	0,15
7,28	1,00	0,20
9,10	1,25	0,25
10,92	1,50	0,30
12,74	1,75	0,35
14,56	2,00	0,40
1) Mẫu chuẩn "không"		

8 Tính toán kết quả

8.1 Phương pháp tính toán

Dùng đường chuẩn chuyển đổi số ghi trên máy phân tích (7.5) của mẫu phân tích ra miligam lưu huỳnh (m_0).

Hàm lượng lưu huỳnh, w_s , biểu thị ra phần trăm theo khối lượng được tính bằng công thức sau:

$$w_s = \frac{(m_0 - m_1 + m_2)}{m \times 10^3} \times 100$$

$$= \frac{(m_0 - m_1 + m_2)}{10m}$$

Trong đó:

- m_0 là khối lượng lưu huỳnh trong mẫu phân tích, tính bằng miligam;
- m_1 là khối lượng lưu huỳnh trong thí nghiệm trắng (7.3), tính bằng miligam;
- m_2 là khối lượng lưu huỳnh trong 0,5 g sắt tinh khiết (4.2) (xem 7.4), tính bằng miligam;
- m là khối lượng mẫu phân tích(7.2), tính bằng gam.

8.2 Độ chụm

Việc kiểm tra độ chụm của phương pháp này đã được thực hiện bởi 18 phòng thí nghiệm sử dụng tám mức hàm lượng lưu huỳnh, mỗi phòng thí nghiệm phân tích xác định ba kết quả (xem chú thích 4 và 5) cho từng mức lưu huỳnh.

CHÚ THÍCH :

4. Hai trong ba kết quả xác định được thực hiện trong những điều kiện có độ lặp lại như đã xác lập trong TCVN 6910 - 1 (ISO 5725-1), nghĩa là một nhân viên thí nghiệm với cùng thiết bị, điều kiện vận hành giống hệt nhau, cùng đường chuẩn và một khoảng thời gian ngắn nhất.

5. Kết quả xác định thứ ba được thực hiện tại một thời điểm khác (ở một ngày khác) cũng do chính nhân viên thí nghiệm như trong chú thích 4 sử dụng cùng thiết bị với đường chuẩn mới.

Các mẫu phân tích và kết quả trung bình/chính xác được trình bày trong Bảng B.1.

Kết quả được xử lý bằng phương pháp thống kê phù hợp với TCVN 6910 (ISO 5725), Phần 1, 2 và 3.

Dữ liệu thu được biểu thị mối quan hệ logarit giữa lưu huỳnh và độ lặp lại (r) và các giới hạn của độ tái lập (R và R_w) của kết quả mẫu phân tích (xem chú thích 6) cũng như tóm tắt ở Bảng 2. Biểu diễn bằng đồ thị các dữ liệu trên được trình bày trong Hình C.1.

CHÚ THÍCH:

6. Từ hai kết quả của ngày 1, độ lặp lại (r) và độ tái lập (R) được tính theo phương pháp quy định trong TCVN 6910 -2 (ISO 5725-2). Từ kết quả đầu tiên trong ngày 1 và kết quả trong ngày 2, tính được độ tái lập (R_w) của nội bộ phòng thí nghiệm, sử dụng phương pháp nêu trong TCVN 6910 - 3 (ISO 5725 - 3).

Bảng 2 - Kết quả cho độ lặp lại và độ tái lập

Hàm lượng lưu huỳnh % (khối lượng)	Độ lặp lại r	Độ tái lập	
		R	R_w
0,10	0,0040	0,0177	0,0096
0,15	0,0059	0,0188	0,0113
0,20	0,0078	0,0200	0,0126
0,25	0,0097	0,0207	0,0138
0,30	0,0116	0,0213	0,0150
0,35	0,0134	0,0219	0,0159

9 Phương pháp lấy mẫu có lẫn bột mịn

Trong trường hợp mẫu phân tích chứa bột mịn có kích thước hạt nhỏ hơn 500 μm , sử dụng rây sàng mẫu (cỡ 500 μm) sàng phân loại ra phần thô và phần mịn theo như quy định trong ISO 565. Cân những lượng tỷ lệ của từng phần để có mẫu phân tích đại diện và xác định hàm lượng lưu huỳnh riêng rẽ cho từng phần đó.

TCVN 8520:2010

Trong trường hợp này, hàm lượng lưu huỳnh w_s , biểu thị bằng phần trăm theo khối lượng, được tính bằng công thức sau:

$$w_s = \frac{(w_{s,1} \times w_{cf}) + (w_{s,2} \times w_{ff})}{m_{cf} + m_{ff}}$$

Trong đó:

$w_{s,1}$ là hàm lượng lưu huỳnh trong phần mẫu thô, tính bằng miligam;

$w_{s,2}$ là hàm lượng lưu huỳnh trong phần mẫu mịn, tính bằng miligam;

m_{cf} là khối lượng phần thô trong mẫu phân tích, tính bằng gam;

m_{ff} là khối lượng phần mịn trong mẫu phân tích, tính bằng gam.

10 Báo cáo thử

Báo cáo thử phải bao gồm các nội dung sau:

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

Phụ lục A

(Tham khảo)

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

A.1 Nguồn oxy: được nối với van điều chỉnh tinh và một đồng hồ áp suất. Bộ phận điều chỉnh áp lực cần không chế được áp suất oxy dẫn tới lò phù hợp thông số kỹ thuật của nhà sản xuất thiết bị. Áp suất thường dùng là 28 kN/m².

A.2 Bộ phận làm sạch, gồm sứ trợ tắm natri hydroxit đặt trong ống hấp thụ khí cacbonic và manhê peclorat đựng trong ống khử nước.

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

A.4 Lò cao tần

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

Đường vào và ra của khí được chế tạo qua các tấm kim loại này.

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

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

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

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

A.5 Bộ phận gom bụi, có khả năng thu gom bụi oxyt kim loại cuốn theo dòng oxy từ lò.

A.6 Máy phân tích khí bằng tia hồng ngoại

A.6.1 Ở hầu hết các thiết bị, sản phẩm khí đốt được chuyển đến hệ thống máy phân tích theo một dòng khí oxy liên tục. Khí được đi qua một buồng tia hồng ngoại, ví dụ như loại Luft, ở đó sự hấp thụ bức xạ hồng ngoại do khí lưu huỳnh dioxit được đo đạc và tích hợp lại trong một khoảng thời gian đã

TCVN 8520:2010

lập trình trước. Tín hiệu được khuếch đại và chuyển đổi sang tín hiệu số trên màn hình theo thành phần phần trăm lưu huỳnh.

A.6.2 Trong một số máy phân tích, sản phẩm sinh ra khi đốt có thể được thu gom trong khí oxy với một thể tích cố định và một áp suất khống chế được và hỗn hợp khí được phân tích cho lưu huỳnh dioxit.

A.6.3 Bộ phận điều khiển điện tử thường được cung cấp để điều chỉnh thiết bị về điểm zero, bù trừ cho thí nghiệm trắng, điều chỉnh sai lệch của đường chuẩn và chỉnh sửa những hiện tượng không tuyến tính. Nói chung, máy phân tích có một phương tiện để nhập khối lượng mẫu tiêu chuẩn hoặc mẫu phân tích để tự động chỉnh sửa kết quả đo. Thiết bị đồng thời cũng được trang bị một cân tự động đi kèm để cân chén sứ, cân mẫu phân tích và chuyển các trị số khối lượng này tới máy tính.

Phụ lục B

(Tham khảo)

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

Bảng 2 là kết quả từ phân tích đối chứng quốc tế được thực hiện trong năm 1993 trên ba mẫu thép và năm mẫu gang ở bảy quốc gia do 18 phòng thí nghiệm thực hiện.

Kết quả đối chứng được thông báo trong tài liệu ISO/TC17/SC 1 N 1035, tháng 3 năm 1994. Biểu diễn bằng đồ thị biểu diễn các dữ liệu về độ chụm được trình bày trong Phụ lục C.

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

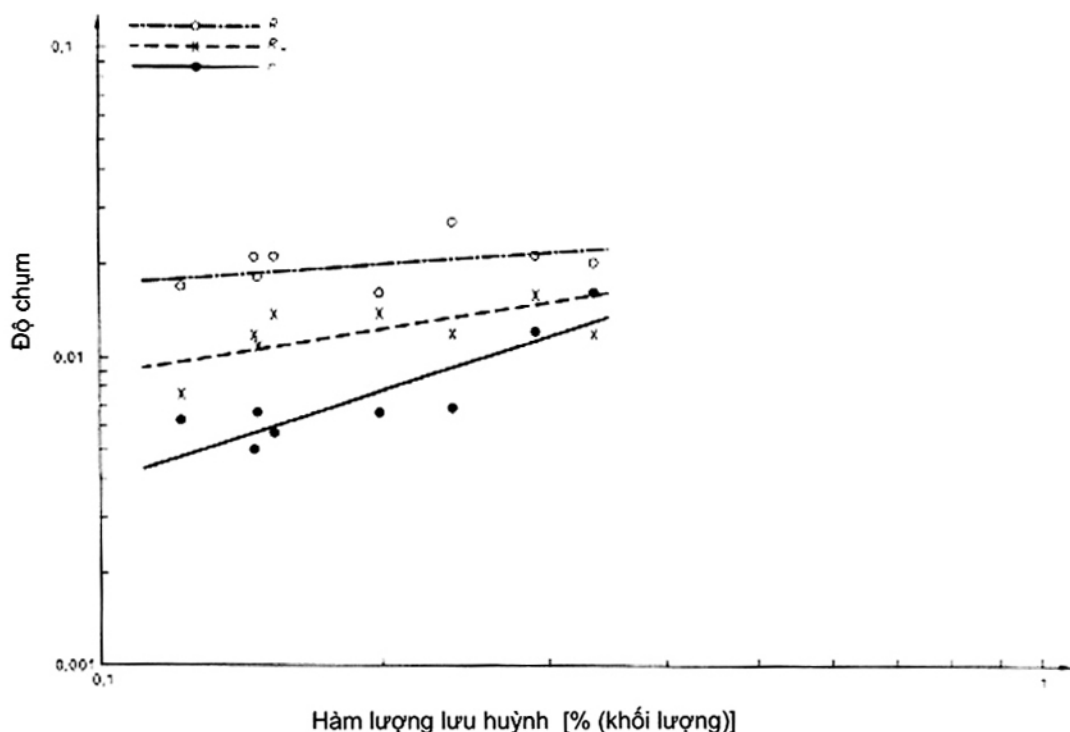
Bảng B.1 - Kết quả chi tiết nhận được từ thử giữa các phòng thử nghiệm

Mẫu	Hàm lượng lưu huỳnh % (khối lượng)			Độ chụm		
	Được công nhận	Tìm được		Độ lặp lại r	Độ tái lập	
		\bar{w}_{C1}	\bar{w}_{C2}		R	R_w
ACS 2 (Gang đúc)	0,125	0,122	0,120	0,0063	0,017	0,0077
ECRM 489-1 (Gang đúc)	0,155	0,153	0,153	0,0057	0,021	0,014
ECRM 489-2 (Gang đúc)	0,165	0,147	0,146	0,0066	0,018	0,011
ECRM 488-1 (Gang đúc)	0,168 ¹⁾	0,146	0,146	0,0050	0,021	0,012
SWEDEN STEEL (Thép không gỉ)	0,19 ¹⁾	0,199	0,200	0,0066	0,016	0,014
ECRM 484-1 (Gang đúc)	0,230	0,238	0,239	0,0068	0,027	0,012
JSS S26 (thép không hợp kim)	0,304	0,291	0,290	0,012	0,021	0,016
ECRM 085-1(thép không hợp kim)	0,336	0,336	0,338	0,016	0,020	0,012
\bar{w}_{S1} : trung bình trong ngày						
\bar{w}_{S2} : trung bình khác ngày						
1) Chưa được công nhận						

Phụ lục C

(Tham khảo)

Đồ thị biểu diễn các dữ liệu về độ chụm



$$\lg r = 0,9514 \lg \bar{w}_{S,1} - 1,441$$

$$\lg R_w = 0,3928 \lg \bar{w}_{S,2} - 1,624$$

$$\lg R = 0,1777 \lg \bar{w}_{S1} - 1,574$$

Trong đó:

$w_{C,1}$ là phần trăm hàm lượng lưu huỳnh trung bình phân tích trong ngày, tính bằng phần trăm khối lượng;

$w_{C,2}$ là phần trăm hàm lượng lưu huỳnh trung bình phân tích giữa các ngày, tính bằng phần trăm khối lượng.

**Hình C.1 – Mối tương quan logarit giữa hàm lượng lưu huỳnh (w_S)
độ lặp lại (r) hoặc độ tái lập (R và R_w)**