

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 9820:2013

ISO 10203:2006

Xuất bản lần 1

**QUẶNG SẮT – XÁC ĐỊNH CANXI –
PHƯƠNG PHÁP QUANG PHỔ HẤP THỤ
NGUYÊN TỬ NGỌN LỬA**

*Iron ores – Determination of calcium –
Flame atomic absorption spectrometric method*

HÀ NỘI – 2013

Lời nói đầu

TCVN 9820:2013 hoàn toàn tương đương với ISO 10203:2006.

TCVN 9820:2013 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC102 *Quặng sắt* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Quặng sắt – Xác định canxi –

Phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa

*Iron ores – Determination of calcium –
Flame atomic absorption spectrometric method*

CẢNH BÁO: Tiêu chuẩn này có thể liên quan đến các vật liệu, thao tác và thiết bị nguy hại. Tiêu chuẩn này không đề cập những vấn đề về an toàn liên quan đến việc sử dụng chúng. Trách nhiệm của người sử dụng tiêu chuẩn này là phải thiết lập các quy tắc phù hợp về sức khỏe, an toàn và xác định các giới hạn cho phép trước khi sử dụng.

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa để xác định hàm lượng canxi trong quặng sắt.

Phương pháp này áp dụng cho dải hàm lượng canxi từ 0,07 % (khối lượng) đến 4,5 % (khối lượng) trong quặng sắt nguyên khai, tinh quặng sắt và sắt kết khối, kể cả các sản phẩm thiêu kết.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau đây là cần thiết khi áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các bản sửa đổi, bổ sung (nếu có).

TCVN 1664 (ISO 7764), *Quặng sắt – Chuẩn bị mẫu thử đã sấy sơ bộ để phân tích hóa học*

TCVN 4851 (ISO 3696), *Nước dùng để phân tích trong phòng thử nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử*

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

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

TCVN 8625 (ISO 3082), *Quặng sắt – Quy trình lấy mẫu và chuẩn bị mẫu.*

3 Nguyên tắc

Phân hủy phần mẫu thử bằng cách xử lý với acid clohydric và một lượng nhỏ acid nitric, sau đó làm bay hơi để loại nước của silic oxide, sau đó pha loãng và lọc.

Nung cạn, sau đó loại bỏ silic oxide bằng cách làm bay hơi với acid flohydric và acid sulfuric. Nung cạn với natri carbonat, hòa tan khối tan chảy đã nguội và lọc.

Phun dung dịch thu được vào ngọn lửa của máy quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa sử dụng đầu đốt dinitơ oxide/acetylen.

So sánh giá trị độ hấp thụ thu được của canxi với giá trị độ hấp thụ thu được từ các dung dịch hiệu chuẩn.

4 Hoá chất, thuốc thử

Trong quá trình phân tích, chỉ sử dụng thuốc thử tinh khiết phân tích và nước phù hợp với loại 2 của TCVN 4851 (ISO 3696).

4.1 Natri carbonat (Na_2CO_3), khan.

4.2 Acid clohydric, ρ 1,19 g/ml.

4.3 Acid clohydric, ρ 1,19 g/ml, pha loãng 1+9.

4.4 Acid nitric, ρ 1,4 g/ml.

4.5 Acid flohydric, ρ 1,13 g/ml, 40 % (khối lượng); hoặc ρ 1,185 g/ml, 48 % (khối lượng).

4.6 Acid sulfuric, ρ từ 1,84 g/ml, pha loãng 1 + 1.

4.7 Dung dịch nền

Hòa tan 10 g dây sắt tinh khiết [tinh khiết tối thiểu 99,9 % (khối lượng), hàm lượng canxi nhỏ hơn 0,000 2 %] trong 50 ml acid clohydric (4.2) và oxy hóa bằng cách thêm từng giọt acid nitric (4.4). Làm bay hơi cho đến khi thu được dung dịch đặc đồng nhất. Thêm 20 ml acid clohydric (4.2) và pha loãng bằng nước đến 200 ml. Hòa tan 17 g natri carbonat (4.1) trong nước, cẩn thận cho thêm dung dịch sắt và gia nhiệt để loại bỏ carbon dioxide. Cho dung dịch đã nguội vào bình định mức dung tích 1 000 ml, pha loãng bằng nước đến vạch mức và lắc đều

4.8 Dung dịch lantan chloride

Hòa tan 50 g lantan chloride ($\text{LaCl}_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$) [hàm lượng canxi ít hơn 0,002 %] trong 50 ml acid clohydric (4.2) và 300 ml nước nóng. Làm nguội và pha loãng đến 1 L.

4.9 Dung dịch tiêu chuẩn canxi, 25 μg Ca/ml.

Hòa tan 1,248 7 g canxi carbonat khô (CaCO_3) [độ tinh khiết ít nhất 99,9 % (khối lượng) đã sấy ở 105 °C trong 1 h] trong 100 ml acid clohydric (4.2), pha loãng 1+3. Sau đó làm nguội, chuyển vào

bình định mức dung tích 1 000 ml, pha loãng bằng nước đến vạch mức và lắc đều. Chuyển 10 ml dung dịch này vào bình định mức dung tích 200 ml, pha loãng bằng nước đến vạch mức và lắc đều.

4.10 Dung dịch hiệu chuẩn canxi

Dùng pipet, lấy 2,0 ml; 5,0 ml; 10,0 ml; 20,0 ml; 40,0 ml và 50,0 ml phần dung dịch tiêu chuẩn canxi (4.9) vào bình định mức dung tích 200 ml (xem đoạn tiếp theo). Thêm 6 ml acid clohydric (4.2), 60 ml dung dịch nền (4.7) và 40 ml dung dịch lantan chloride (4.8) vào mỗi bình. Chuẩn bị dung dịch hiệu chuẩn canxi zero bằng cách chuyển 60 ml dung dịch nền (4.7) vào bình định mức dung tích 200 ml, thêm 6 ml acid clohydric (4.2) và 40 ml dung dịch lantan chloride (4.8). Pha loãng dung dịch bằng nước đến vạch mức và lắc đều.

Dải hàm lượng canxi có thể thay đổi với các thiết bị khác nhau. Cần chú ý đến các tiêu chí tối thiểu tại 5.3. Đối với các thiết bị có độ nhạy cao, có thể sử dụng phần dung dịch chuẩn ít hơn hoặc dung dịch chuẩn loãng hơn.

5 Thiết bị, dụng cụ

Thiết bị, dụng cụ thường dùng trong phòng thử nghiệm, bao gồm pipet một vạch và bình định mức phù hợp với các quy định tương ứng của TCVN 7151 (ISO 648) và TCVN 7153 (ISO 1042), và các thiết bị, dụng cụ sau:

5.1 Chén platin, dung tích tối thiểu 30 ml.

5.2 Lò múp, có khả năng duy trì ở nhiệt độ khoảng 1 100 °C.

5.3 Máy quang phổ hấp thụ nguyên tử, có đầu đốt dinitơ oxide/acetylen.

CẢNH BÁO: Phải theo hướng dẫn của nhà sản xuất, khi đốt và dập tắt ngọn lửa dinitơ oxide/acetylen để tránh nguy cơ có thể nổ. Phải mang kính màu an toàn khi đầu đốt làm việc.

Máy quang phổ hấp thụ nguyên tử sử dụng trong phương pháp này phải đáp ứng các tiêu chí sau:

- Độ nhạy tối thiểu: độ hấp thụ của dung dịch hiệu chuẩn canxi có nồng độ cao nhất (xem 4.10) ít nhất là 0,3.
- Độ tuyến tính: độ dốc của đường chuẩn bao trùm 20 % dải nồng độ phía trên của nồng độ (biểu thị bằng sự thay đổi độ hấp thụ) không nhỏ hơn 0,7 của giá trị độ dốc ở 20 % dải nồng độ phía dưới khi xác định theo cùng phương pháp.
- Độ ổn định tối thiểu: độ lệch chuẩn của độ hấp thụ của dung dịch hiệu chuẩn có nồng độ cao nhất và độ lệch chuẩn của dung dịch hiệu chuẩn zero, được tính từ số lượng đủ lớn các phép đo lặp lại, phải nhỏ hơn tương ứng 1,5 % và 0,5 % giá trị trung bình độ hấp thụ của dung dịch hiệu chuẩn có nồng độ cao nhất.

TCVN 9820:2013

Nên sử dụng thiết bị ghi bằng biểu đồ và/hoặc thiết bị hiện số để đánh giá các tiêu chí a), b) và c) và cho các loạt phép đo tiếp theo.

CHÚ THÍCH: Thông số thiết bị có thể thay đổi với từng loại. Các thông số sau đã được sử dụng tốt trong nhiều phòng thử nghiệm và có thể sử dụng như các hướng dẫn. Dung dịch được phun vào đầu đốt ngọn lửa dinitơ oxide/acetylen đã trộn trước.

– Dòng đèn catốt rỗng, mA	15
– Bước sóng, nm	422,7
– Tốc độ dòng dinitơ oxide, L/min	13,8
– Tốc độ dòng acetylen, L/min	6,6

Trong hệ thống không sử dụng các giá trị tốc độ dòng khí nêu trên, thì tỷ lệ của tốc độ dòng khí này là các hướng dẫn hữu ích để tham khảo.

6 Lấy mẫu và mẫu thử

6.1 Mẫu phòng thử nghiệm

Để phân tích, sử dụng mẫu phòng thử nghiệm có cỡ hạt nhỏ hơn 100 μm được lấy và chuẩn bị theo TCVN 8625 (ISO 3082). Trong trường hợp quặng có hàm lượng đáng kể nước liên kết hoặc các hợp chất có thể bị oxy hoá, sử dụng cỡ hạt nhỏ hơn 160 μm .

CHÚ THÍCH: Hướng dẫn về xác định hàm lượng đáng kể nước liên kết và các hợp chất có thể bị oxy hoá theo TCVN 1664 (ISO 7764).

6.2 Chuẩn bị mẫu thử đã sấy sơ bộ

Trộn đều mẫu phòng thử nghiệm và tiến hành lấy các mẫu đơn, từ đó lấy ra các mẫu thử sao cho đảm bảo tính đại diện cho toàn bộ mẫu trong thùng. Sấy mẫu thử ở $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ như quy định trong TCVN 1664 (ISO 7764). (Đây là mẫu thử đã sấy sơ bộ).

7 Cách tiến hành

7.1 Số phép xác định

Tiến hành phân tích độc lập ít nhất hai phép xác định song song trên cùng một mẫu thử đã sấy sơ bộ, theo Phụ lục A.

CHÚ THÍCH: Khái niệm "độc lập" có nghĩa là kết quả thứ hai và bất kỳ kết quả ngoại suy nào không bị ảnh hưởng bởi các kết quả trước. Riêng đối với phương pháp phân tích cụ thể này, điều kiện này hàm ý là việc lặp lại quy trình được thực hiện do cùng người thao tác tại thời điểm khác hoặc do một người thao tác khác, kể cả việc hiệu chuẩn lại thích hợp trong mỗi trường hợp.

7.2 Phần mẫu thử

Lấy một số mẫu đơn, cân khoảng 1 g mẫu thử đã sấy sơ bộ theo 6.2, chính xác đến 0,000 2 g.

Thao tác lấy mẫu và cân phần mẫu thử phải nhanh để tránh hấp thụ ẩm lại.

7.3 Phép thử trắng và phép thử kiểm tra

Trong mỗi loạt phép thử, tiến hành song song một phép thử trên mẫu thử với một phép thử trắng và một phép thử mẫu chuẩn được chứng nhận cùng loại với mẫu quặng trong cùng một điều kiện. Mẫu thử đã sấy sơ bộ của mẫu chuẩn được chứng nhận phải được chuẩn bị như quy định tại 6.2.

Mẫu chuẩn được chứng nhận cần phải cùng loại với mẫu được phân tích và tính chất của hai vật liệu cần phải gần giống nhau để đảm bảo, trong cả hai trường hợp không có thay đổi đáng kể trong quy trình phân tích.

Khi thực hiện phân tích một số mẫu cùng lúc, giá trị phép thử trắng có thể đại diện cho một lần thử, với điều kiện sử dụng cùng quy trình và sử dụng cùng chai thuốc thử.

Khi thực hiện phân tích cùng lúc một số mẫu của cùng loại quặng, có thể dùng chung kết quả phân tích của mẫu chuẩn được chứng nhận.

7.4 Phép xác định

7.4.1 Phân hủy phần mẫu thử

Chuyển phần mẫu thử (7.2) vào cốc 250 ml. Tắm ướt bằng vài mililit nước, sau đó thêm 25 ml acid clohydric (4.2), đặt cốc bằng nắp kính đồng hồ và gia nhiệt nhẹ. Tăng nhiệt độ và phân giải sát dưới điểm sôi, cho đến khi không còn xuất hiện sự ăn mòn. Thêm 2 ml acid nitric (4.4) và phân hủy trong vài phút. Mở nắp kính đồng hồ và làm bay hơi dung dịch đến khô. Sấy muối trên tấm gia nhiệt ở nhiệt độ từ 105 °C đến 110 °C trong 30 min. Thêm 5 ml acid clohydric (4.2), đặt cốc bằng nắp kính đồng hồ và làm ẩm trong vài phút. Thêm 50 ml nước, khuấy để tránh titan bị thủy phân và gia nhiệt đến sôi. Rửa nắp kính đồng hồ và thành cốc, và lọc dung dịch qua giấy lọc định lượng có chứa bột giấy lọc vào cốc 250 ml. Cần thận dùng đũa thủy tinh có đầu bịt cao su hoặc giấy lọc thấm nước để loại bỏ các hạt bám, rửa ba lần bằng acid clohydric loãng (4.3), sau đó rửa bằng nước nóng cho đến khi giấy lọc không còn sát. Cho giấy và cặn vào chén platin (5.1). Làm bay hơi phần lọc để thu được 100 ml và giữ lại.

7.4.2 Xử lý cặn

Nung giấy lọc và cặn trong chén platin (5.1) ở nhiệt độ thấp (từ 500 °C đến 800 °C). Để nguội, làm ẩm bằng vài giọt nước, thêm 3 hoặc 4 giọt acid sulfuric (4.6) và thêm 10 ml acid flohydric (4.5). Làm bay hơi từ từ để loại bỏ silic oxide và tiếp tục gia nhiệt để loại bỏ acid sulfuric. Nung ở 700 °C. Thêm 1,0 g natri carbonat (4.1) vào chén chứa cặn (xem chú thích), đặt chén, và nung

TCVN 9820:2013

trên đầu đốt hoặc trong lò múp (5.2) cho đến khi thu được khối tan chảy trong suốt (ở 1 100 °C trong 15 min).

CHÚ THÍCH: Nếu không có kinh nghiệm thực hiện việc đốt, có thể sử dụng 2 g natri carbonat (4.1), Trong trường hợp này nên tăng gấp đôi lượng natri carbonat và thể tích acid clohydric (4.2) trong dung dịch nền (4.7).

7.4.3 Chuẩn bị dung dịch thử

Hòa tan khối tan chảy vào phần lọc thu được ở trên (xem 7.4.1), sau đó lấy ra, rửa chén và nắp đáy (xem đoạn tiếp theo).

Nếu dung dịch ở trạng thái vẫn đục, chứng tỏ sự có mặt của một lượng titan đã bị thủy phân, phải lọc trước khi cho vào bình dung tích 200 ml.

Cho dung dịch vào bình định mức dung tích 200 ml, pha loãng bằng nước đến vạch mức và lắc đều. Chuyển một lượng dung dịch thích hợp (xem Bảng 1) vào bình định mức dung tích 200 ml và thêm 40 ml dung dịch lantan chloride (4.8). Thêm một lượng dung dịch nền (4.7) và acid clohydric (4.2) như trong Bảng 1, pha loãng bằng nước đến vạch mức và lắc đều (xem đoạn cuối). (Dung dịch này là dung dịch thử cuối cùng).

Cho một lượng tương ứng dung dịch thử trắng vào bình định mức dung tích 200 ml, thêm thể tích tương đương dung dịch lantan chloride (4.8), dung dịch nền (4.7) và acid clohydric (4.2) sử dụng như dung dịch thử. Pha loãng bằng nước đến vạch mức và lắc đều. (Đây là dung dịch thử trắng pha loãng).

Sự pha loãng được thể hiện trong Bảng 1 sẽ thu được nồng độ canxi nằm trong dải dung dịch hiệu chuẩn. Đối với thiết bị có độ nhạy cao, các phần dung dịch thử nhỏ hơn có thể là thích hợp hơn. Tránh phần dung dịch ít hơn 2 ml bằng cách pha loãng sơ bộ. Xử lý dung dịch thử trắng tương tự. Trong trường hợp này, lượng dung dịch nền (4.7) và acid clohydric (4.2) phải được điều chỉnh.

Bảng 1 – Hướng dẫn pha loãng dung dịch thử

Hàm lượng canxi mong đợi trong mẫu, W_{Ca} %	Lượng dung dịch ml	Khối lượng mẫu tương đương g	Lượng dung dịch nền (4.7) thêm vào ml	Lượng acid clohydric (4.2) thêm vào ml
$0,01 \leq W_{Ca} \leq 0,1$	100	0,50	30	3
$0,1 \leq W_{Ca} \leq 0,5$	50	0,25	45	4
$0,5 \leq W_{Ca} \leq 2,5$	10	0,05	60	6
$2,5 \leq W_{Ca} \leq 10,0$	2	0,01	60	6

7.4.4 Điều chỉnh máy quang phổ hấp thụ nguyên tử

Đặt bước sóng đối với canxi (422,7 nm) để nhận được độ hấp thụ cực tiểu. Lắp đầu đốt thích hợp và bật ngọn lửa theo hướng dẫn của nhà sản xuất. Sau 10 min gia nhiệt đầu đốt, vừa phun dung dịch hiệu chuẩn có hàm lượng canxi cao nhất (xem 4.10) vừa chỉnh dòng nhiên liệu và vị trí đầu đốt để thu được độ hấp thụ cực đại. Sau đó đánh giá các tiêu chí ở 5.3.

Phun nước và dung dịch hiệu chuẩn để chắc chắn rằng số đọc độ hấp thụ không bị trôi và đặt số đọc độ hấp thụ ban đầu của nước bằng zero.

7.4.5 Phép đo độ hấp thụ nguyên tử

Phun các dung dịch hiệu chuẩn (4.10) và dung dịch thử cuối cùng (xem 7.4.3) theo thứ tự độ hấp thụ tăng dần, bắt đầu từ dung dịch thử trắng pha loãng và dung dịch hiệu chuẩn zero, phun dung dịch thử cuối cùng vào điểm thích hợp trong các lần phun. Phun nước giữa mỗi lần phun dung dịch và ghi lại số đọc khi nhận được tín hiệu ổn định cho từng dung dịch.

Lặp lại phép thử ít nhất hai lần.

Nếu cần, tính chuyển giá trị số đọc trung bình thành độ hấp thụ của mỗi dung dịch. Độ hấp thụ thực thu được của mỗi dung dịch hiệu chuẩn bằng cách trừ đi độ hấp thụ của dung dịch hiệu chuẩn zero. Bằng cách tương tự, độ hấp thụ thực của dung dịch thử cuối cùng thu được bằng cách trừ đi độ hấp thụ của dung dịch thử trắng pha loãng. Chuẩn bị đồ thị đường chuẩn bằng cách vẽ các giá trị độ hấp thụ thực của dung dịch hiệu chuẩn theo các nồng độ canxi, tính bằng microgam trên mililit.

Tính chuyển giá trị độ hấp thụ thực của dung dịch thử cuối cùng sang microgam canxi trên mililit bằng đồ thị hiệu chuẩn.

8 Biểu thị kết quả

8.1 Tính hàm lượng canxi

Hàm lượng canxi, w_{Ca} , tính bằng phần trăm khối lượng, lấy đến bốn số thập phân, sử dụng công thức sau:

$$w_{Ca} = \frac{\rho_{Ca} \times 200}{m \times 10\,000} \quad (1)$$

$$= \frac{\rho_{Ca}}{m \times 50}$$

trong đó

ρ_{Ca} là nồng độ canxi trong dung dịch thử cuối cùng, tính bằng microgam trên mililit;

m là khối lượng của phần mẫu thử có trong 200 ml dung dịch thử cuối cùng, có thể lấy trong các dung dịch đã pha loãng sơ bộ, tính bằng gam.

8.2 Xử lý chung các kết quả

8.2.1 Độ lặp lại và sai số cho phép

Độ chụm của phương pháp phân tích này được biểu thị bằng các phương trình hồi quy sau:¹⁾

$$R_d = 0,048\ 5\ X + 0,024\ 8 \quad (2)$$

$$P = 0,062\ 6\ X + 0,035\ 2 \quad (3)$$

$$\sigma_d = 0,017\ 1\ X + 0,008\ 8 \quad (4)$$

$$\sigma_L = 0,017\ 6\ X + 0,010\ 8 \quad (5)$$

trong đó

X là hàm lượng canxi trong mẫu thử đã sấy sơ bộ, tính bằng phần trăm khối lượng và được tính như sau:

- dùng Công thức (2) và (4) trong cùng phòng thử nghiệm: trung bình số học của các giá trị song song;
- dùng Công thức (3) và (5) giữa các phòng thử nghiệm: trung bình số học của kết quả cuối cùng (8.2.5) của hai phòng thử nghiệm;

R_d là giới hạn kết quả song song độc lập;

P là sai số cho phép giữa các phòng thử nghiệm;

σ_d là độ lệch chuẩn của kết quả song song độc lập;

σ_L là độ lệch chuẩn giữa các phòng thử nghiệm;

8.2.2 Xác định kết quả phân tích

Sau khi tính được các kết quả song song độc lập theo Công thức (1), so sánh với giới hạn kết quả song song độc lập (R_d), sử dụng quy trình nêu trong Phụ lục A, và thu được kết quả phòng thử nghiệm cuối cùng μ (xem 8.2.5).

8.2.3 Độ chụm giữa các phòng thử nghiệm

Độ chụm giữa các phòng thử nghiệm được sử dụng để xác định sự phù hợp các kết quả cuối cùng của hai phòng thử nghiệm. Giả thiết rằng hai phòng thử nghiệm tiến hành cùng quy trình đã mô tả trong 8.2.2.

Tính đại lượng sau:

$$\mu_{12} = \frac{\mu_1 + \mu_2}{2} \quad (6)$$

¹⁾ Thông tin bổ sung nêu trong Phụ lục B và C.

trong đó

μ_1 là kết quả cuối cùng của phòng thử nghiệm 1;

μ_2 là kết quả cuối cùng của phòng thử nghiệm 2;

μ_{12} là giá trị trung bình của các kết quả thử nghiệm.

Thay μ_{12} cho X trong Công thức (3) và tính P .

Nếu $|\mu_1 - \mu_2| \leq P$, kết quả cuối cùng được chấp nhận.

8.2.4 Kiểm tra độ đúng

Độ đúng của phương pháp phân tích phải được kiểm tra bằng cách sử dụng mẫu chuẩn được chứng nhận (CRM) hoặc mẫu chuẩn (RM) (xem đoạn thứ hai của 7.3). Tính kết quả phân tích (μ_c) đối với RM/CRM sử dụng các quy trình trong 8.1 và 8.2, rồi so sánh với giá trị chuẩn hoặc giá trị chứng nhận A_c . Có hai khả năng:

- $|\mu_c - A_c| \leq C$ trong trường hợp này chênh lệch giữa kết quả phân tích và giá trị chuẩn/chứng nhận không có ý nghĩa về mặt thống kê;
- $|\mu_c - A_c| > C$ trong trường hợp này chênh lệch giữa kết quả phân tích và giá trị chuẩn/chứng nhận có ý nghĩa về mặt thống kê;

trong đó

μ_c là kết quả phân tích trên mẫu chuẩn được chứng nhận;

A_c là giá trị chứng nhận/chuẩn đối với CRM/RM;

C là giá trị phụ thuộc vào loại mẫu chuẩn CRM/RM được sử dụng.

Các mẫu chuẩn được chứng nhận sử dụng cho mục đích này phải được chuẩn bị và chứng nhận theo TCVN 8245:2008 (ISO/IEC Guide 35:2006) *Mẫu chuẩn – Nguyên tắc chung và nguyên tắc thống kê trong chứng nhận*.

Đối với mẫu CRM do chương trình thử nghiệm giữa các phòng thử nghiệm chứng nhận:

$$C = 2 \left[\sigma_L^2 + \frac{\sigma_d^2}{n} + V(A_c) \right]^{1/2}$$

trong đó

$V(A_c)$ là phương sai của giá trị được chứng nhận A_c ($= 0$ đối với CRM được chứng nhận bởi một phòng thử nghiệm);

n là số phép thử lặp lại đã tiến hành trên CRM/RM;

Tránh sử dụng CRM do một phòng thử nghiệm chứng nhận, trừ khi biết được giá trị chứng nhận không có độ chệch.

8.2.5 Tính kết quả cuối cùng

Kết quả cuối cùng là trung bình số học của các giá trị phân tích được chấp nhận cho mẫu thử, hoặc được xác định theo quy định tại Phụ lục A.

Trung bình số học của các giá trị phân tích được chấp nhận, tính đến bốn số thập phân và giá trị được làm tròn đến số thập phân thứ hai như sau:

- a) nếu số thập phân thứ ba nhỏ hơn 5 thì bỏ đi và giữ nguyên số thập phân thứ hai;
- b) nếu số thập phân thứ ba bằng 5 và số thập phân thứ tư khác 0, hoặc số thập phân thứ ba lớn hơn 5 thì tăng số thập phân thứ hai lên một đơn vị;
- c) nếu số thập phân thứ ba bằng 5 và số thập phân thứ tư bằng 0 thì bỏ số 5 và giữ nguyên số thập phân thứ hai khi nó là 0, 2, 4, 6 hoặc 8 và tăng lên một đơn vị khi nó là 1, 3, 5, 7 hoặc 9.

8.3 Tính hàm lượng canxi oxide

Hàm lượng canxi oxide, biểu thị bằng phần trăm khối lượng, tính theo công thức sau:

$$w_{CaO} = 1,399 w_{Ca}$$

9 Báo cáo thử nghiệm

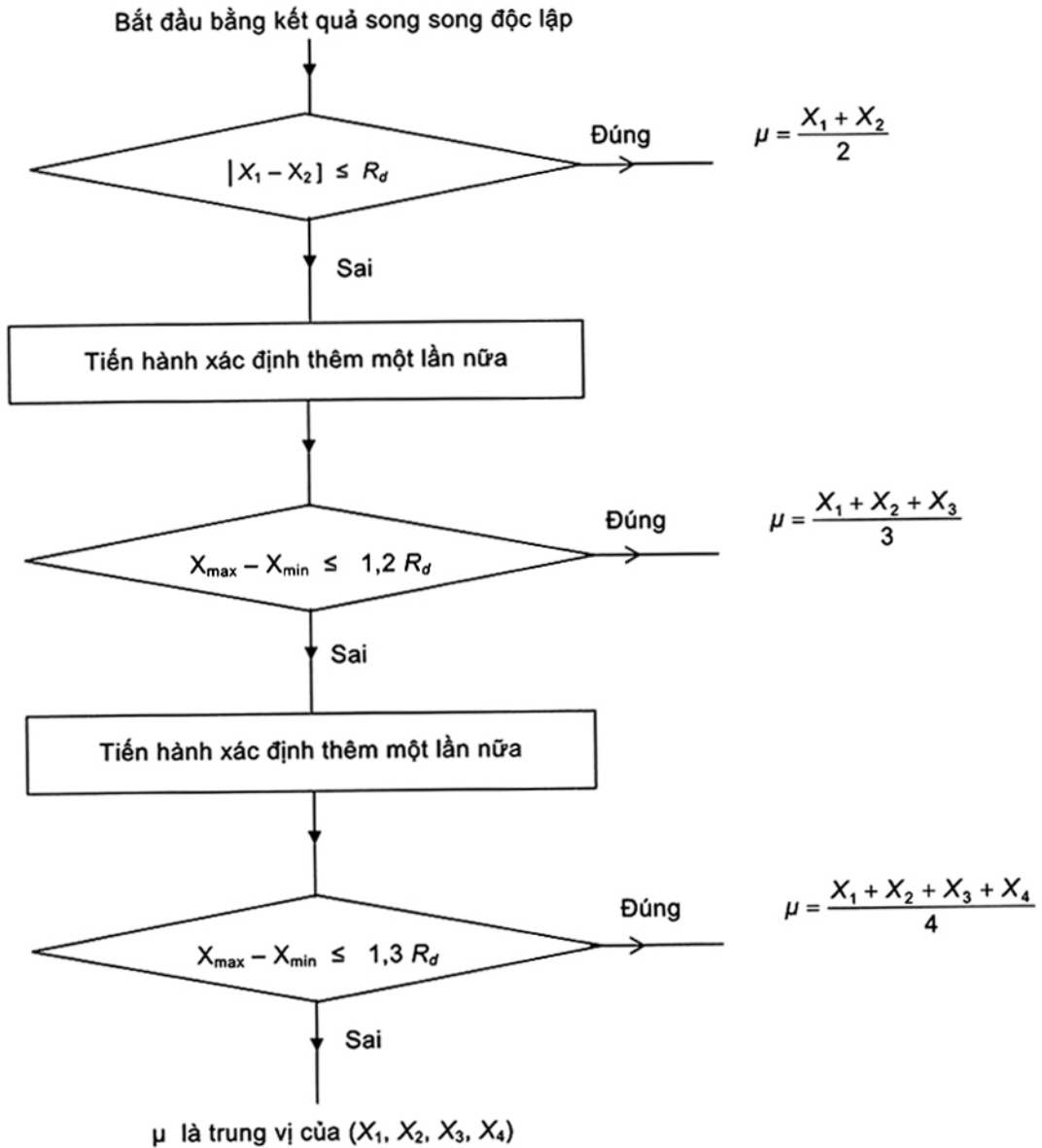
Báo cáo thử nghiệm gồm các thông tin sau:

- a) tên và địa chỉ phòng thử nghiệm;
- b) ngày báo cáo thử nghiệm;
- c) viện dẫn tiêu chuẩn này;
- d) các chi tiết cần thiết để nhận biết mẫu;
- e) kết quả phân tích;
- f) số tham chiếu của phiếu kết quả;
- g) bất kỳ các đặc điểm đã ghi nhận trong quá trình xác định, các thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này có thể ảnh hưởng đến kết quả của mẫu thử hoặc mẫu chuẩn được chứng nhận.

Phụ lục A

(quy định)

Sơ đồ quy trình chấp nhận giá trị phân tích đối với mẫu thử



Phụ lục B

(tham khảo)

Nguồn gốc của các phương trình độ lặp lại và sai số cho phép

Các phương trình trong 8.2.1 được rút ra từ những kết quả thử của chương trình phân tích quốc tế tiến hành trong năm 1971 đến 1973 thực hiện trên 7 mẫu quặng sắt do 34 phòng thử nghiệm của 12 quốc gia thực hiện.

Đồ thị xử lý các dữ liệu về độ chụm được nêu trong Phụ lục C.

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

CHÚ THÍCH 1: Báo cáo của chương trình thử nghiệm quốc tế (tài liệu ISO/TC102/SC2 239, tháng 01/1972 và N 334, tháng 1/1974) được lưu tại Ban thư ký ISO/TC102/SC2.

CHÚ THÍCH 2: Phân tích thống kê được trình bày phù hợp với các nguyên tắc của TCVN 6910-2 (ISO 5725-2). *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 của phương pháp đo tiêu chuẩn.*

Bảng B.1 – Hàm lượng canxi trong các mẫu thử

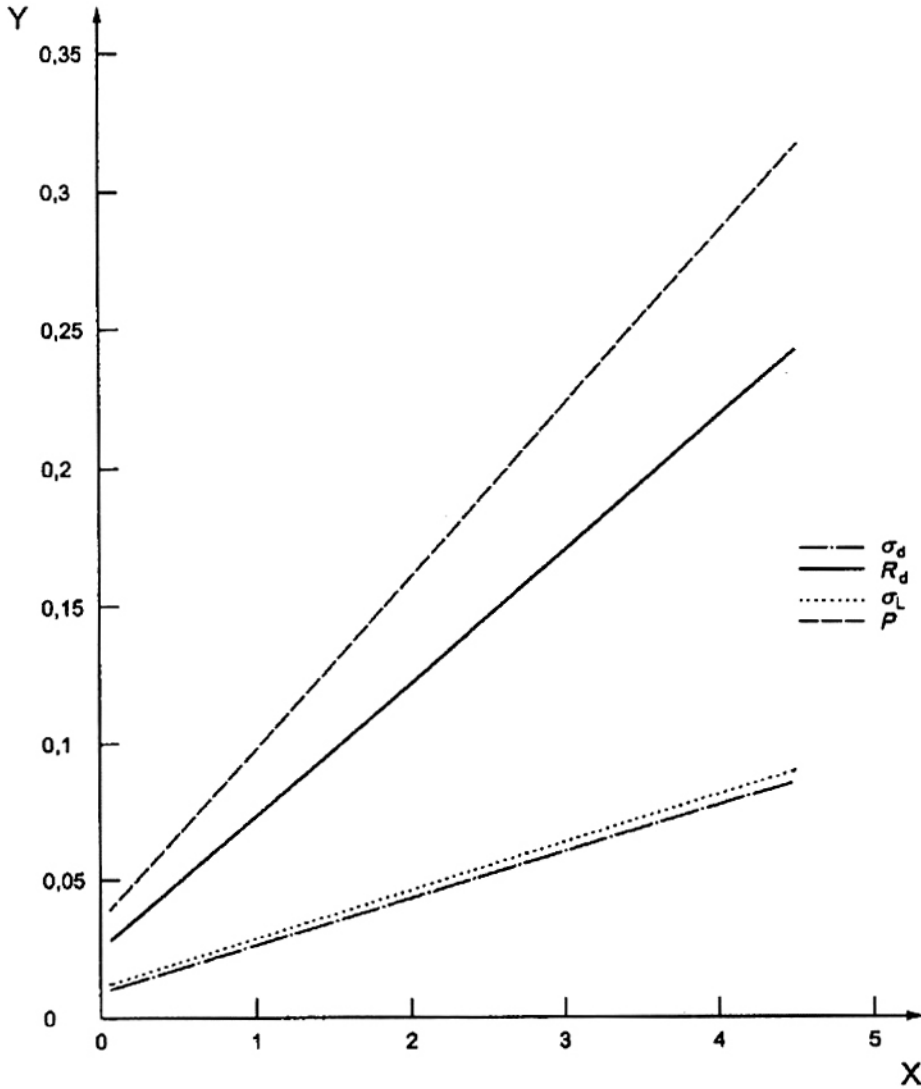
Mẫu	Hàm lượng canxi, % (khối lượng)
Quặng Bomi Hill	0,08
Quặng Canada	0,34
Cát sắt Philippin	0,48
Quặng Thụy Điển số 7	3,60
Quặng Minet	4,04
Quặng ASTM số 4	4,52
Quặng 72-10	10,00

Phụ lục C

(tham khảo)

Số liệu độ chụm thu được từ thử nghiệm phân tích quốc tế

CHÚ THÍCH: Hình C.1 đồ thị biểu diễn các phương trình trong 8.2.1



CHÚ DẪN

Y Độ chụm, %

X Hàm lượng canxi, % khối lượng

Hình C.1 – Tương quan bình phương tối thiểu của độ chụm so với hàm lượng canxi X