

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 8511:2010

ISO 9658:1990

Xuất bản lần 1

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

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

HÀ NỘI - 2010

Lời nói đầu

TCVN 8511 :2010 hoàn toàn tương với ISO 9658:1990.

TCVN 8511:2010 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 nhôm - Phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa

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

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 nhôm hoà tan trong axit và hàm lượng nhôm tổng trong thép không hợp kim.

Phương pháp này áp dụng cho hàm lượng nhôm trong phạm vi 0,005% (khối lượng) và 0,20 % (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 1811:2008 (ISO 14284:1996), *Thép và gang – Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu để xác định thành phần hoá học.*

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

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

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

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

TCVN 8511:2010

3 Định nghĩa

Định nghĩa sau đây áp dụng cho các mục đích của tiêu chuẩn này

Nhôm hoà tan trong axit: Nhôm hoà tan trong hỗn hợp axit như đã chỉ rõ trong 8.3.1.1.

4 Nguyên tắc

Hoà tan khối lượng mẫu phân tích trong các axit clohydric và axit nitric pha loãng.

Nung chảy chất không hoà tan trong axit bằng hỗn hợp axit ortoboric và kali cacbonat.

Phun dung dịch vào ngọn lửa axetylen-dinitơ monoxyt.

Đo phổ hấp thụ nguyên tử tại vạch phổ 309,3 nm do đèn catod nhôm rỗng phát ra.

5 Thuốc thử

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

5.1 Sắt tinh khiết, chứa ít hơn 0,0001% (khối lượng) nhôm, hoặc với hàm lượng nhôm thấp đã biết.

5.2 Axit clohydric, $\rho = 1,19$ g/ml;

5.3 Axit clohydric, $\rho = 1,19$ g/ml, dung dịch pha loãng 1 + 1;

5.4 Axit clohydric, $\rho = 1,19$ g/ml, dung dịch pha loãng 2 + 100;

5.5 Axit sunfuric, $\rho = 1,84$ g/ml, dung dịch pha loãng 1 + 1;

5.6 Hỗn hợp axit

Trộn đều 3 phần thể tích axit clohydric ($\rho = 1,19$ g/ml), 1 phần thể tích axit nitric ($\rho = 1,40$ g/ml) và 2 phần thể tích nước.

Pha chế hỗn hợp này ngay trước khi dùng.

5.7 Hỗn hợp nung chảy

Trộn đều 1 phần khối lượng axit ortoboric (H_3BO_3) và một phần khối lượng kali cacbonat khan (K_2CO_3).

5.8 Dung dịch hỗn hợp nung chảy

Hoà tan 20,0 g hỗn hợp nung chảy (5.7) vào nước và pha loãng đến 100 ml.

5,0 ml dung dịch này chứa 1,0 g hỗn hợp nung chảy (5.7).

5.9 Nhôm, dung dịch tiêu chuẩn.

5.9.1 Dung dịch gốc, tương ứng với 2,0 g Al trên lít.

Dùng cân có độ chính xác 0,001 g, cân 2,000 g nhôm có tinh khiết cao (độ tinh khiết $\geq 99,9\%$ (khối lượng)) hoà tan trong 40 ml axit clohydric ($\rho = 1,19$ g/ml) và 10 ml axit nitric ($\rho = 1,40$ g/ml). Đun sôi để loại hết các nitơ oxyt. Làm nguội và chuyển vào bình định mức 1000 ml. Pha loãng bằng nước đến vạch và lắc kỹ.

1 ml dung dịch gốc này chứa 2,0 mg Al.

5.9.2 Dung dịch tiêu chuẩn A, tương ứng 0,20 g Al trên lít

Chuyển 20,0 ml dung dịch gốc (5.9.1) vào bình định mức 200 ml. Pha loãng bằng nước đến vạch và lắc kỹ. Pha chế dung dịch tiêu chuẩn này ngay trước khi dùng.

1 ml dung dịch tiêu chuẩn này chứa 0,20 mg Al.

5.9.3 Dung dịch tiêu chuẩn B, tương ứng 0,020 g Al trên lít

Chuyển 20,0 ml dung dịch tiêu chuẩn A (5.9.2) vào bình định mức 200 ml. Pha loãng bằng nước đến vạch và lắc kỹ. Pha chế dung dịch tiêu chuẩn này ngay trước khi dùng.

1 ml dung dịch tiêu chuẩn này chứa 0,020 mg Al.

6 Thiết bị, dụng cụ

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

Tất cả các dụng cụ thủy tinh phải được làm sạch bằng axit clohydric (5.3) và sau đó bằng nước.

Dụng cụ thông dụng của phòng thí nghiệm, và

6.1 Giấy lọc chày trung bình, giấy lọc xenlulo nitrat 0,45 μm .

6.2 Phễu lọc, phễu lọc chịu axit 2 tầng có mặt đỡ giữa thân và cuống phễu, được chế tạo dành cho việc lọc chân không các chất lỏng. Cuống phễu được ráp nối vào một nắp thủy tinh nút mài hoặc nắp cao su để nút khít vào miệng bình chân không.

6.3 Bình hút chân không, bình nón dung tích 500 ml hoặc tương đối lớn để chứa một bình định mức 100 ml, có miệng rộng cho phép nút vừa nắp cao su có cuống phễu lọc.

6.4 Chén platin, dung tích 30 ml.

6.5 Máy quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa

Có đèn catot nhôm rỗng, có nguồn cấp dinitơ monoxit và axetilen hoàn toàn tinh khiết để tạo ra ngọn lửa hình lồng vũ màu đỏ trong sáng bền vững, không có nước, dầu cũng như không có nhôm.

Máy quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa sử dụng được coi là thoả mãn các yêu cầu nếu sau khi tối ưu hoá theo 8.3.4, giới hạn phát hiện và nồng độ đặc trưng được chấp thuận hoàn toàn với các giá trị do nhà sản xuất nêu ra, nếu nó đáp ứng các chỉ tiêu về độ chính xác nêu trong 6.5.1 và 6.5.3.

TCVN 8511:2010

Điều mong muốn là thiết bị phải tuân thủ yêu cầu hiệu suất bổ sung được nêu trong 6.5.4.

6.5.1 Độ chính xác nhỏ nhất (xem Phụ lục A.1)

Tính toán độ lệch tiêu chuẩn của mười phép đo độ hấp thụ của dung dịch tiêu chuẩn có nồng độ cao nhất. Độ lệch tiêu chuẩn không được vượt quá 1,5 % độ hấp thụ trung bình.

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

6.5.2. Giới hạn phát hiện (xem Phụ lục A.2)

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

Giới hạn phát hiện của nhôm trong một nền tương tự như dung dịch mẫu phân tích cuối phải tốt hơn so với 0,1 $\mu\text{g Al}$ trên mililit.

6.5.3 Độ tuyến tính của đồ thị (xem Phụ lục A.3)

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

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

6.5.4 Nồng độ đặc trưng (xem Phụ lục A.4)

Nồng độ đặc trưng đối với nhôm trong một nền tương tự như dung dịch mẫu phân tích cuối cùng phải tốt hơn so với 1,0 $\mu\text{g Al}$ trên mililit.

6.6 Thiết bị phụ trợ

Cần thiết phải trang bị một máy vẽ giản đồ hoặc thiết bị màn hình hiện số để đánh giá các chỉ tiêu trong 6.5 và cho tất cả các phép đo tiếp theo.

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

7 Lấy mẫu

Tiến hành lấy mẫu thép theo TCVN 1811 (ISO 14284).

8 Cách tiến hành

8.1 Khối lượng mẫu phân tích

Dùng cân có độ chính xác 0,001 g, cân 2,0 g mẫu phân tích.

8.2 Thí nghiệm trắng

Tiến hành thí nghiệm trắng song song và lần lượt theo cùng một cách thức với việc xác định mẫu phân tích, sử dụng cùng những số lượng với tất cả các thuốc thử trừ việc thêm sắt tinh khiết.

Cần phải hiệu chỉnh đường nền.

8.3 Tiến hành xác định

8.3.1 Chuẩn bị dung dịch mẫu phân tích

8.3.1.1 Phân huỷ mẫu phân tích

Chuyển khối lượng mẫu phân tích (8.1) vào cốc 250 ml. Thêm vào, từng lượng nhỏ một, 40 ml hỗn hợp axit (5.6) và đậy cốc bằng mặt kính đồng hồ. Đun nóng cho đến khi axit ngừng phản ứng. Đun sôi để đuổi hết các nitơ oxyt và làm nguội.

8.3.1.2 Lọc dung dịch mẫu phân tích

Đặt giấy lọc (6.1) trên mặt đỡ của phễu lọc (6.2). Thấm ướt giấy lọc bằng nước và ghép nối thân và cuống phễu. Nút chặt nắp có cuống phễu lọc vào bình chân không (6.3). Từ từ áp đầu hút chân không vào bình chân không và lọc dung dịch.

Rửa thành phễu và cặn bằng axit clohydric nóng (5.4) và bằng nước nóng xen kẽ nhau cho đến khi không còn thấy sắt.

Từ từ dừng hút chân không.

Khi dung dịch lọc đã được thu vào bình chân không 500 ml:

- Nếu thể tích dung dịch lọc và nước rửa nhỏ hơn phạm vi 70 ml, chuyển dung dịch vào bình định mức 100 ml và thực hiện như đã chỉ rõ trong 8.3.1.3 hoặc 8.3.1.4;
- Nếu thể tích dung dịch lọc và nước rửa lớn hơn phạm vi 70 ml, chuyển dung dịch vào cốc 200 ml, giảm thể tích dung dịch đến phạm vi 70 ml bằng cách làm bốc hơi, làm nguội và chuyển dung dịch vào bình định mức 100 ml và thực hiện như đã chỉ rõ trong 8.3.1.3 hoặc 8.3.1.4.

Khi dung dịch lọc được thu vào trong bình định mức 100 ml đặt trong bình chân không:

- Nếu thể tích dung dịch lọc và nước rửa nhỏ hơn phạm vi 70 ml, thực hiện như đã chỉ rõ trong 8.3.1.3 hoặc 8.3.1.4;

TCVN 8511:2010

- Nếu thể tích dung dịch lọc và nước rửa lớn hơn phạm vi 70 ml, chuyển dung dịch vào cốc 200 ml, làm giảm thể tích dung dịch đến phạm vi 70 ml bằng cách bốc hơi, làm nguội và chuyển dung dịch vào bình định mức 100 ml ban đầu và thực hiện như đã chỉ rõ trong 8.3.1.3 hoặc 8.3.1.4.

8.3.1.3 Chuẩn bị dung dịch mẫu phân tích để xác định nhôm hoà tan trong axit

Nếu chỉ yêu cầu xác định nhôm hoà tan trong axit, thêm 5,0 ml dung dịch hỗn hợp nung chảy (5.8) vào bình định mức 100 ml, làm nguội và để yên cho khí cacbonic tạo thành thoát ra, sau đó thêm nước đến vạch và lắc kỹ. Vứt bỏ cặn không tan và giấy lọc xenlulo nitrat. Giữ lại dung dịch để xác định nhôm hoà tan trong axit.

8.3.1.4 Chuẩn bị dung dịch mẫu phân tích để xác định nhôm tổng.

Chuyển giấy lọc chứa cặn không tan vào một chén platin (6.4). Hoá tro cặn ở nhiệt độ thấp và nung từ từ đến 1000 °C. Làm nguội chén. Thêm vài giọt nước và vài giọt axit sunfuric (5.5) và 5 ml axit flohydric (5.2). Bốc hơi đến khô và một lần nữa nung ở 1.000 °C. Làm nguội chén và cho vào 1,0 g hỗn hợp nung chảy (5.7). Nung chảy chén cùng mẫu trong lò buồng ở nhiệt độ 1000 °C trong 15 min. Làm nguội chén và thêm 1 ml hoặc 2 ml axit clohydric (5.3) và 8 ml nước vào sản phẩm nung rắn.

Đun nóng từ từ để hoà tan sản phẩm nung chảy. Để cho chén nguội và chuyển hết dung dịch này vào dung dịch lọc trong bình định mức 100 ml. Pha loãng bằng nước đến vạch và lắc kỹ. Giữ dung dịch này để xác định nhôm tổng.

8.3.2 Chuẩn bị các dung dịch tiêu chuẩn

8.3.2.1 Hàm lượng nhôm < 0,010 % (khối lượng)

Cho $(2,00 \pm 0,01)$ g sắt tinh khiết (5.1) vào một loạt 5 cốc 250 ml. Thêm vào, từng lượng nhỏ một, 40 ml hỗn hợp axit (5.6) cho từng cốc và đậy chúng bằng mặt kính đồng hồ. Đun cho đến khi sắt tan hết trong dung dịch, sau đó đun sôi để loại các nitơ oxyt. Làm nguội và chuyển dung dịch vào 5 bình định mức 100 ml. Dùng buret cho vào những thể tích dung dịch tiêu chuẩn nhôm B (5.9.3) như được nêu trong Bảng 1.

Thêm 5,0 ml dung dịch nung chảy (5.8) vào mỗi bình. Làm nguội và để yên cho khí cacbonic tạo thành thoát ra, sau đó thêm nước đến vạch và lắc kỹ.

Bảng 1

Thể tích dung dịch tiêu chuẩn nhôm B (5.9.3) ml	Nồng độ tương ứng của nhôm trong dung dịch phân tích cuối $\mu\text{g/ml}$	Hàm lượng tương ứng của nhôm trong mẫu phân tích % (khối lượng)
0 ¹⁾	0	0,000 0
2,5	0,5	0,0025
5,0	1,0	0,0050
7,5	1,5	0,0075
10,0	2,0	0,0100
¹⁾ Mẫu chuẩn "không"		

8.3.2.2 Hàm lượng nhôm trong phạm vi 0,01 % (khối lượng) và 0,20 % (khối lượng)

Thực hiện như đã chỉ rõ trong 8.3.2.1, sử dụng Bảng 2 thay cho Bảng 1.

Bảng 2

Thể tích dung dịch tiêu chuẩn nhôm A (5.9.2) ml	Nồng độ tương ứng của nhôm trong dung dịch phân tích cuối $\mu\text{g/ml}$	Hàm lượng tương ứng của nhôm trong mẫu phân tích % (khối lượng)
0 ¹⁾	0	0,000
5,0	10,0	0,050
10,0	20,0	0,100
15,0	30,0	0,150
20,0	40,0	0,200
¹⁾ Mẫu chuẩn "không"		

8.3.3 Điều chỉnh máy quang phổ hấp thụ nguyên tử

Xem Bảng 3.

8.3.4 Tối ưu hoá các căn chỉnh máy quang phổ hấp thụ nguyên tử

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

Khi cường độ dòng điện đèn, bước sóng và tốc độ dòng khí đã được điều chỉnh cũng như mô đốt đã thấp sáng, tiến hành phun nước cho tới khi các chỉ số trở nên ổn định.

Dùng nước điều chỉnh trị số hấp thụ về 0.

Lựa chọn cách bố trí giảm nén hoặc thời gian tích phân để có tín hiệu tương đối ổn định nhằm thoả mãn các yêu cầu về độ chính xác nêu trong 6.5.1 đến 6.5.3.

Điều chỉnh ngọn lửa thành không sáng rõ và có tính ôxy hoá với hình lông vũ màu đỏ xấp xỉ 10 mm đến 20 mm Phun xen kẽ các dung dịch tiêu chuẩn có nồng độ cao nhất và mẫu chuẩn "không", điều

TCVN 8511:2010

chỉnh tốc độ dòng khí và vị trí mỏ đốt (ngang, đứng hoặc quay) cho đến khi hiệu số giữa độ hấp thụ giữa các dung dịch chuẩn này là lớn nhất. Hãy kiểm tra để máy có được sự xếp đặt chuẩn xác so với bước sóng yêu cầu.

Đánh giá theo chỉ tiêu 6.5.1 đến 6.5.3 và yêu cầu bổ sung tính hiệu quả 6.5.4 để đảm bảo được rằng thiết bị thích hợp cho phân tích.

Bảng 3

Kiểu đèn	Cathod rỗng nhôm
Bước sóng	309,3 nm
Ngọn lửa	Ngọn lửa ôxy hoá không sáng trong axetylen-dinitơ monoxyt, Chiều cao ngọn lửa hình lông vũ màu đỏ phải là 10 mm đến 20 mm được điều chỉnh để có độ nhạy nhôm lớn nhất
Dòng điện cho đèn	Theo khuyến nghị của nhà sản xuất
Độ rộng dải phổ	Theo khuyến nghị của nhà sản xuất, nếu không có khuyến nghị nào, độ rộng dải phổ được đề xuất trong phạm vi 0,2 nm và 0,7 nm.
Hiệu chỉnh nền	Nếu độ hấp thụ của mẫu chuẩn "không" tương đương với độ chính xác của dung dịch tiêu chuẩn thấp nhất, yêu cầu phải có sự hiệu chỉnh nền.

CHÚ THÍCH: Những đề xuất của nhà chế tạo thiết bị cần được thực hiện chặt chẽ và đặc biệt chú ý là những điểm an toàn sau đây:

- Bản chất gây nổ của khí axetilen, những quy định liên quan đến việc sử dụng nó.
- Cần thiết phải che chắn mắt người vận hành khỏi bức xạ cực tím bằng kính màu.
- Cần phải giữ đầu mỏ đốt sạch không có vảy cặn vì mỏ đốt bị bít kín có thể gây nên cháy nổ.
- Phải đảm bảo ống đo khí áp kế luôn có nước.
- Luôn luôn phun nước giữa các lần phun dung dịch phân tích, dung dịch thí nghiệm trắng và dung dịch tiêu chuẩn.

8.3.5 Phép đo phổ

Điều chỉnh thang đo mở rộng sao cho dung dịch tiêu chuẩn có nồng độ lớn nhất đạt độ lệch gần hết thang đo. Phun các dung dịch tiêu chuẩn lặp lại nhiều lần theo thứ tự tăng dần đến khi từng dung dịch cho độ chính xác theo quy định, như vậy mới chứng tỏ thiết bị đã đạt độ ổn định. Chọn hai dung dịch tiêu chuẩn, một có độ hấp thụ nhỏ hơn ngay dưới so với dung dịch mẫu phân tích và một cao hơn ngay trên. Phun những dung dịch này trước tiên theo thứ tự tăng dần, sau đó theo thứ tự giảm dần, với dung dịch mẫu phân tích như dung dịch trung gian, trong từng trường hợp đo độ hấp thụ so với nước.

Phun toàn bộ dãy dung dịch tiêu chuẩn, kể cả mẫu chuẩn "không". Sau đó phun một lần nữa theo thứ tự tăng và theo thứ tự giảm. Các giá trị trung bình của loạt phun dung dịch tiêu chuẩn tăng và giảm sau cùng được sử dụng cho đường chuẩn.

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

Phun dung dịch tiêu chuẩn ở những phạm vi thời gian liên tục trong suốt quá trình đo của một đợt phân tích. Phải làm sạch mỏ đốt nếu kết quả có biểu hiện mất độ chính xác do bị tắc bẩn.

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

8.4 Vẽ đồ thị chuẩn

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

Nếu sử dụng các kim loại và thuốc thử tinh khiết, thí nghiệm trắng và mẫu chuẩn "không" phải có một hiệu số ghi độ hấp thụ nhỏ không đáng kể. Trong trường hợp này, xây dựng đồ thị chuẩn bằng cách vẽ các kết quả độ hấp thụ trung bình của các dung dịch chuẩn so với microgram nhôm trên mililit. Xem xét độ hấp thụ trung bình của dung dịch phân tích và độ hấp thụ của hai dung dịch chuẩn liền kề trên đồ thị.

Tuy nhiên, nếu mẫu chuẩn "không" có một độ hấp thụ đáng kể, yêu cầu một phương pháp phức tạp hơn. Trong trường hợp này nồng độ nhôm ρ_z trong mẫu chuẩn "không" được tính theo công thức sau:

$$\rho_z = \rho_{c1} \times \frac{A_z}{A_{c1} - A_z}$$

Trong đó:

ρ_{c1} là nồng độ nhôm, biểu thị ra microgram trên mililit, cho thêm vào dung dịch tiêu chuẩn đầu tiên;

A_z là độ hấp thụ của mẫu chuẩn "không";

A_{c1} là độ hấp thụ của dung dịch tiêu chuẩn đầu tiên.

Trị số ρ_z tìm được sau đó thêm vào cho từng nồng độ tiêu chuẩn biểu kiến để nhận được đồ thị chuẩn trung bình chạy qua gốc tọa độ. Xem xét độ hấp thụ của dung dịch thí nghiệm trắng, dung dịch phân tích và của hai dung dịch tiêu chuẩn liền kề so với đồ thị này. Lấy các nồng độ khác trừ đi nồng độ của dung dịch thí nghiệm trắng.

Xây dựng đồ thị chuẩn bằng cách vẽ các kết quả độ hấp thụ trung bình của các dung dịch tiêu chuẩn so với hàm lượng nhôm biểu thị bằng microgram trên mililit. Xem xét độ hấp thụ trung bình của dung

TCVN 8511:2010

dịch phân tích và độ hấp thụ của hai dung dịch tiêu chuẩn liền kề trên đồ thị. Nếu số ghi của hai dung dịch tiêu chuẩn này so với đồ thị không sai lệch nhiều hơn chỉ tiêu cho phép về độ chính xác thì khi đó số ghi của dung dịch mẫu phân tích được chấp nhận.

9 Tính toán kết quả

9.1 Phương pháp tính

Chuyển đổi độ hấp thụ của dung dịch mẫu phân tích và của dung dịch thí nghiệm trắng ra microgram nhôm trên mililit bằng cách so trên đồ thị chuẩn (8.4)

Tính hàm lượng nhôm w_{Al} (%), biểu thị bằng phần trăm khối lượng, bằng công thức sau:

$$w_{Al} = \frac{(\rho_{Al,1} - \rho_{Al,0}) \times 100}{10^6} \times \frac{100}{m}$$
$$= \frac{(\rho_{Al,1} - \rho_{Al,0})}{100 m}$$

Trong đó:

$\rho_{Al,0}$ là nồng độ của nhôm trong thí nghiệm trắng (8.2), tính bằng microgram trên mililit;

$\rho_{Al,1}$ là nồng độ của nhôm trong dung dịch mẫu phân tích (8.3.1), tính bằng microgram trên mililit;

m là khối lượng của khối lượng mẫu phân tích, tính bằng gam;

9.2 Độ chụm

Việc kiểm tra độ chụm của phương pháp này được 28 phòng thí nghiệm thực hiện đối với nhôm tan trong axit và nhôm tổng. Tất cả các phòng thí nghiệm tiến hành ba xác định cho nhôm tan trong axit và nhôm tổng của từng mẫu phân tích (xem chú thích 1 và 2).

Các mẫu phân tích sử dụng được nêu trong Phụ lục B.

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

Các dữ liệu nhận được cho thấy có sự tương quan logarit giữa hàm lượng nhôm và độ lặp lại r và độ tái lập (R và R_w) của kết quả phân tích (xem chú thích 3) như được tóm tắt trong Bảng 4. Biểu diễn bằng đồ thị các dữ liệu được nêu trong Hình C.1 và Hình C.2 của Phụ lục C.

Bảng 4

Hàm lượng nhôm % (khối lượng)	Nhôm tan trong axit			Nhôm tổng		
	<i>r</i>	<i>R</i>	<i>R_w</i>	<i>r</i>	<i>R</i>	<i>R_w</i>
0,005	0,000 73	0,002 24	0,000 71	0,001 11	0,002 12	0,000 77
0,010	0,001 03	0,003 14	0,001 14	0,001 42	0,002 82	0,001 17
0,020	0,001 47	0,004 41	0,001 84	0,001 82	0,003 74	0,001 76
0,050	0,002 34	0,006b92	0,003 46	0,002 53	0,005 45	0,003 05
0,10	0,003 32	0,009 72	0,005 58	0,003 25	0,007 23	0,004 61
0,20	0,004 72	0,013 6	0,008 94	0,004 16	0,009 61	0,006 97

CHÚ THÍCH :

- Hai trong ba kết quả xác định được tiến hành trong điều kiện độ lặp lại như đã định rõ trong TCVN 6910 (ISO 5725), nghĩa là một người vận hành, cùng dụng cụ, điều kiện vận hành giống hệt nhau, cùng mẫu chuẩn và phạm vi thời gian ngắn nhất.
- Kết quả thứ ba được tiến hành trong một thời gian khác (trong một ngày khác) do cùng một người vận hành như trong Chú thích 1 ở trên, dùng cùng dụng cụ với đường chuẩn mới.
- Sử dụng phương pháp quy định trong TCVN 6910 (ISO 5725) tính được giới hạn độ lặp lại (*r*) và giới hạn độ tái lập (*R*) từ các kết quả của ngày 1. Từ kết quả đầu tiên trong ngày 1 và kết quả có được trong ngày 2, tính được giới hạn của độ tái lập (*R_w*) trong phạm vi phòng thí nghiệm.

10 Báo cáo thử

Báo cáo thử phải bao gồm các nội dung sau:

- Tất cả thông tin cần thiết cho việc phân biệt được mẫu, phòng thí nghiệm và ngày tháng phân tích;
- Phương pháp sử dụng được viện dẫn cho 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)

Phương pháp dùng để xác định các tiêu chuẩn thiết bị

Để chuẩn bị các phương pháp phân tích tiêu chuẩn có sử dụng máy quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa, các trị số dưới đây phải do nhóm công tác có trách nhiệm quyết định lấy từ các kết quả của phòng thí nghiệm quốc tế.

A.1 Xác định độ chính xác nhỏ nhất

Phun dung dịch tiêu chuẩn có nồng độ cao nhất 10 lần để có 10 số ghi độ hấp thụ riêng rẽ A_{Ai} và tính giá trị trung bình \bar{A}_A .

Phun dung dịch tiêu chuẩn có nồng độ thấp nhất (không kể mẫu chuẩn "không") 10 lần để có 10 số ghi độ hấp thụ riêng rẽ A_{Bi} và tính giá trị trung bình \bar{A}_B .

Độ sai lệch tiêu chuẩn S_A và S_B của số ghi độ hấp thụ của dung dịch tiêu chuẩn có nồng độ cao nhất và thấp nhất tương ứng được tính toán theo công thức sau:

$$S_A = \sqrt{\frac{\sum (A_{Ai} - \bar{A}_A)^2}{9}}$$

$$S_B = \sqrt{\frac{\sum (A_{Bi} - \bar{A}_B)^2}{9}}$$

Độ độ chính xác nhỏ nhất dung dịch tiêu chuẩn có nồng độ cao nhất và thấp nhất tính được từ $S_A \times 100 / \bar{A}_A$ và tương ứng $S_B \times 100 / \bar{A}_B$

A.2 Xác định giới hạn phát hiện, $\rho_{AI, \min}$

Điều chế 2 dung dịch, từng dung dịch chứa cùng nồng độ nền như dung dịch mẫu, nhưng với nguyên tố quan tâm tại những nồng độ biết trước sau đây.

- ρ_{AI} $\mu\text{g/ml}$ để có độ hấp thụ A' phạm vi 0,01;

- Nền trắng để có độ hấp thụ A_0 .

Phun dung dịch ρ_{AI} và dung dịch thí nghiệm trắng 10 lần mỗi loại, ghi lại số đo của mỗi lần trong 10 s và sử dụng thang đo mở rộng đủ để tạo nên sự biến thiên tín hiệu quan sát được một cách rõ ràng.

Tìm được độ hấp thụ trung bình \bar{A}' và \bar{A}_0 .

Sai lệch tiêu chuẩn s_A' được tính theo công thức:

$$s_A' = \sqrt{\frac{\sum (A'_i - \bar{A}')^2}{9}}$$

Trong đó:

A'_i là số ghi độ hấp thụ riêng rẽ đo được;

\bar{A} là giá trị trung bình của A_i .

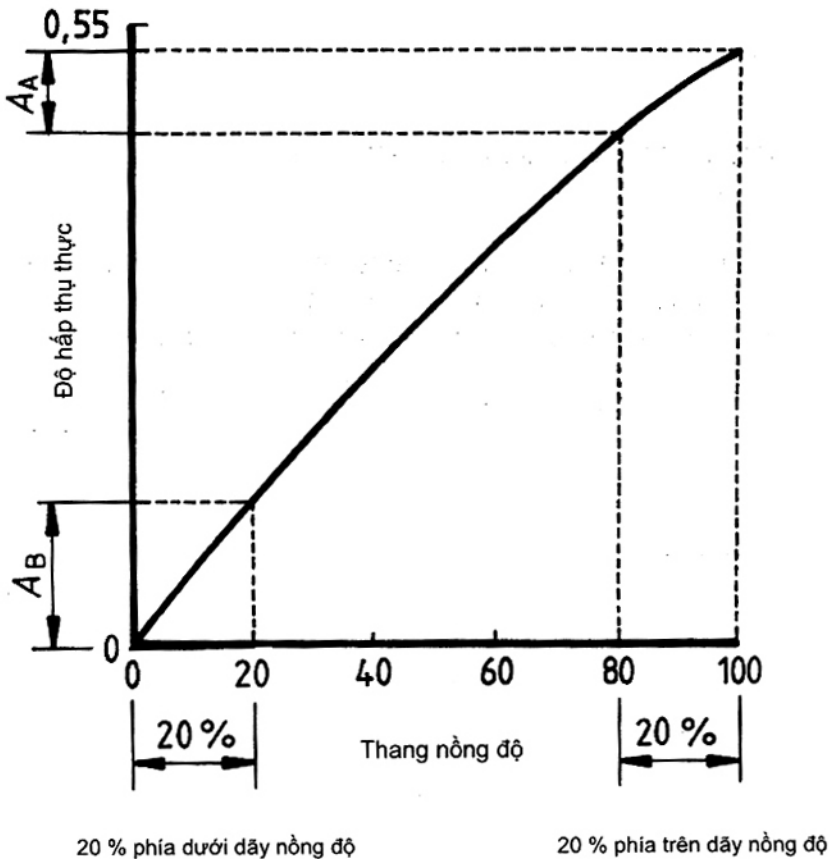
Giới hạn phát hiện $\rho_{AI,min}$ được tính theo công thức:

$$\rho_{AI,min} = \frac{\rho_{AI} \times S_{A'} \times k}{\bar{A}' - \bar{A}_0}$$

(k thường được lấy bằng 2)

A.3 Tiêu chuẩn đối với độ tuyến tính của đồ thị

Hãy thiết lập đồ thị tiêu chuẩn, trước khi áp dụng bất cứ một dụng cụ chiếu dọi từ đường cong, để tìm giá trị thực độ hấp thụ A tương ứng với 20 % phía trên dãy nồng độ và giá trị thực của độ hấp thụ B tương ứng với 20 % phía dưới dãy nồng độ. Tính toán A/B. Tỷ số này không được nhỏ hơn 0,7.



Hình A.1

TCVN 8511:2010

A.4 Xác định nồng độ đặc trưng $\rho_{AI,k}$

Chuẩn bị dung dịch có cùng nồng độ nền như dung dịch mẫu nhưng có nguyên tố liên quan có nồng độ đã biết như sau:

ρ_{AI} μ g/ml để cho độ hấp thụ A phạm vi 0,1.

Phun dung dịch ρ_{AI} và dung dịch thí nghiệm trắng không dùng thang đo mở rộng và đo độ hấp thụ A và A_0 . Nồng độ đặc trưng $\rho_{AI,k}$ được tính theo công thức:

$$\rho_{AI,k} = \frac{\rho_{AI} \times 0,0044}{A - A_0}$$

Phụ lục B

(Tham khảo)

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

Bảng 4 được lấy từ kết quả phân tích thử nghiệm quốc tế được tiến hành trong năm 1985 trên sáu mẫu thép ở 9 quốc gia gồm 28 phòng thí nghiệm thực hiện.

Kết quả phân tích thử nghiệm được báo cáo trong tài liệu 17/1 N 661, tháng 3 năm 1986. Đồ thị biểu diễn các dữ liệu về độ chụm được nêu trong Phụ lục C.

Các mẫu phân tích sử dụng được nêu trong Bảng B.1.

Bảng B.1

Mẫu	Thành phần hoá học % (khối lượng)								
	Al tổng	Al không tan trong axit ¹⁾	C	Si	Mn	Cu	Ni	Cr	V
BAM 038-1	(0,002)		0,159	0,28	0,628	0,021			
BCS 456/1	0,009		0,101	0,24	0,20				0,2
BAM 035-1	0,026	0,007	1,31	0,21	0,26	0,071	0,038	0,071	
NBS 65d	0,059	0,0048 ²⁾	0,264	0,37	0,73	0,051	0,060	0,049	
BCS 457/1	0,11		0,30	0,05	0,30				0,17
IPT-39	0,169		0,048	0,061	0,34	0,019	0,048	0,084	

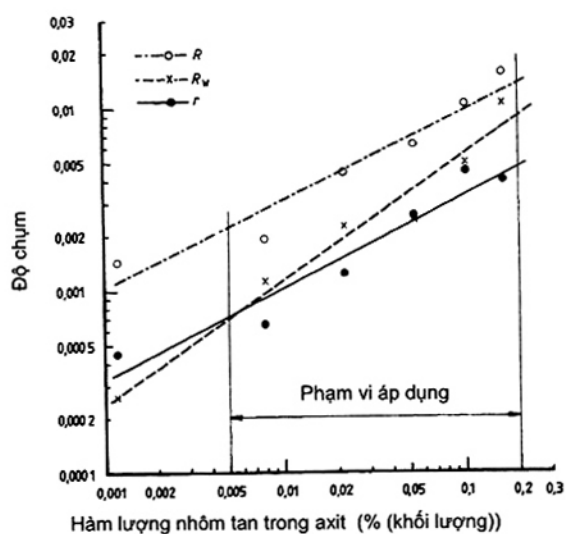
(): Chưa được công nhận

1) Nhôm không tan trong axit. Hỗn hợp axit dùng để xác định các trị số không tan trong axit đó có thể không giống như hỗn hợp axit dùng trong phương pháp trên.

2) 0,009 % (khối lượng) Al_2O_3

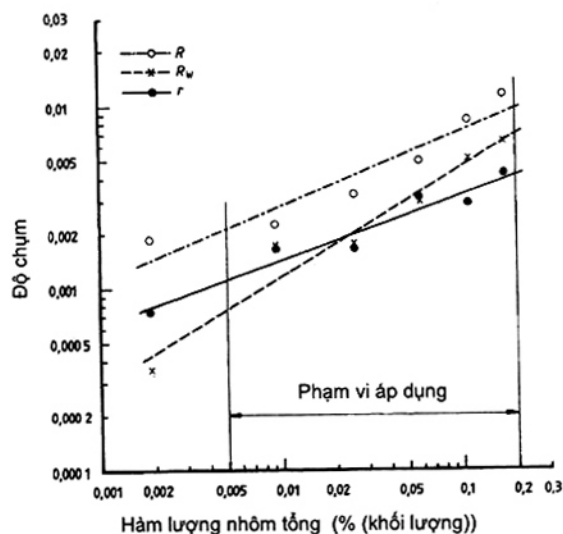
Phụ lục C
(Tham khảo)

Đồ thị biểu diễn các dữ liệu về độ chụm



Hình C.1 – Mối tương quan logarit giữa hàm lượng nhôm tan trong axit (m) và độ lặp lại (r) hoặc độ tái lập (R và R_w)

Phương trình hồi quy logarit	Hệ số tương quan
$\log_{10} r = 0,5074 \log_{10} m - 1,9713$	0,965
$\log_{10} R_w = 0,6854 \log_{10} m - 1,5697$	0,983
$\log_{10} R = 0,4904 \log_{10} m - 1,5221$	0,966



Hình C.2 – Mối tương quan logarit giữa hàm lượng nhôm tổng (m) và độ lặp lại (r) hoặc độ tái lập (R và R_w)

Phương trình hồi quy logarit	Hệ số tương quan
$\log_{10} r = 0,3595 \log_{10} m - 2,1293$	0,968
$\log_{10} R_w = 0,5968 \log_{10} m - 1,7393$	0,975
$\log_{10} R = 0,4905 \log_{10} m - 1,7311$	0,950