

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 1674-1 : 2009

ISO 9683-1 : 2006

Xuất bản lần 1

**QUẶNG SẮT – XÁC ĐỊNH VANADI –
PHẦN 1: PHƯƠNG PHÁP ĐO MÀU BPHA**

*Iron ores – Determination of vanadium –
Part 1: BPHA spectrophotometric method*

HÀ NỘI – 2009

Lời nói đầu

TCVN 1674-1 : 2009 thay thế TCVN 1674 : 1986

TCVN 1674-1 : 2009 hoàn toàn tương đương với ISO 9683-1 : 2006.

TCVN 1674-1 : 2009 do Tiểu ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC102/SC2 *Quặng sắt – Phân tích hoá học* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Bộ tiêu chuẩn TCVN 1674 (ISO 9683) *Quặng sắt – Xác định vanadi*, gồm có phần sau:

– Phần 1: Phương pháp đo màu BPHA

Bộ tiêu chuẩn ISO 9683 *Iron ores – Determination of vanadium*, còn có phần sau:

– Part 2: Flame atomic absorption spectrometric methods.

Quặng sắt – Xác định vanadi – Phần 1: Phương pháp đo màu BPHA

*Iron ores – Determination of vanadium –
Part 1: BPHA spectrophotometric 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 đến 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 khoẻ, 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 đo màu sử dụng N-benzoyl-phenylhydroxylamin (BPHA) để xác định hàm lượng vanadi trong quặng sắt.

Phương pháp này áp dụng cho khoảng hàm lượng vanadi từ 0,005 % (khối lượng) đến 0,5 % (khối lượng) trong quặng sắt nguyên khai, tinh quặng và sắt kết khối, kể cả các sản phẩm thiêu kết.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau là cần thiết cho việc 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 bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi (nếu có).

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

TCVN 4851 (ISO 3696) Nước dùng để phân tích trong phòng thí 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.

ISO 3082 Iron ores – Sampling and sample preparation procedures (Quặng sắt – Quy trình lấy mẫu và chuẩn bị mẫu).

3 Nguyên tắc

Phân hủy phần mẫu thử bằng cách nung chảy với natri peroxit, hòa tách bằng nước và axit sulfuric.

Cho thêm axit octophosphoric vào một phần nhỏ dung dịch để oxy hóa vanadi đến hóa trị năm bằng kali permanganat. Khử pecmanganat dư bằng natri nitrit với sự có mặt của urê.

Tạo phức bằng cách xử lý với BPHA và axit clohydric, và được tách ra bằng clorofom.

Đo độ hấp thụ màu tại bước sóng khoảng 535 nm.

4 Thuốc thử

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

4.1 Bột sắt kim loại, có hàm lượng vanadi < 0,001 %, khối lượng.

4.2 Natri peroxit, bột mịn.

4.3 Axit clohydric, ρ từ 1,16 g/ml đến 1,19 g/ml, pha loãng 4 + 1.

4.4 Axit sulfuric, ρ 1,84 g/ml, pha loãng 1 + 4.

4.5 Axit octophosphoric, ρ 1,7 g/ml, pha loãng 1 + 1.

4.6 Hydro peroxit, dung dịch 300 g/l.

4.7 Natri nitrit, dung dịch 3 g/l.

4.8 Urê, dung dịch 250 g/l.

4.9 Kali permanganat, dung dịch 3,2 g/l.

Hòa tan 3,2 g kali permanganat trong 100 ml nước. Đun sôi nhẹ trong khoảng 1 h, lọc qua phễu lọc thủy tinh mịn đã được làm sạch cẩn thận vào bình định mức 1 000 ml, pha loãng bằng nước đến vạch mức và lắc đều. Bảo quản dung dịch trong chai màu nâu.

4.10 Natri tripolyphosphat, dung dịch 100 g/l.

Hòa tan 25 g natri tripolyphosphat trong 170 ml nước, pha loãng đến 250 ml và lắc đều.

4.11 Dung dịch nền

Cho 1,300 g sắt tinh khiết (4.1) vào chén ziricon hoặc thủy tinh cacbon (5.1) có chứa 4,0 g natri peroxit (4.2). Cho thêm 4,0 g natri peroxit, trộn đều bằng đũa thủy tinh hoặc thìa niken và nén hỗn hợp. Đặt chén vào miệng lò múp (5.2) trong 1 min hoặc 2 min, ở nhiệt độ $420\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$, và cho chén vào lò đóng kín tiến hành thiêu kết ít nhất trong 1 h.

Lấy chén ra khỏi lò và để nguội đến nhiệt độ phòng. Đặt chén chứa khối lượng đã thiêu kết vào cốc 400 ml khô, đập bằng nắp kính đồng hồ, nhấc nhanh nắp lên để cho thêm 5 ml nước quanh miếng thiêu kết. Khi phản ứng ngừng, bằng cách tương tự tiếp tục cho thêm 15 ml nước. Sau một vài min, khi phản ứng hoàn toàn, chuyển chén vào cốc 400 ml, tráng rửa bằng khoảng 10 ml nước. Cần thận cho 30 ml axit sulfuric (4.4) vào chén, nếu cần đun nhẹ để hòa tan toàn bộ cặn, và chuyển dung dịch vào cốc, dùng khoảng 10 ml nước để tráng rửa.

Cần thận cho thêm 100 ml axit sulfuric (4.4) và khuấy bằng đũa thủy tinh. Vừa khuấy vừa cho thêm 1 đến 2 giọt hydro peroxit (4.6), cho đến khi thu được dung dịch màu vàng sáng trong. Đun sôi trong khoảng 2 min, để nguội, sau đó chuyển vào bình định mức 200 ml, pha loãng bằng nước đến vạch mức và lắc đều.

4.12 Clorofom

4.13 N-benzol-phenylhydroxylamin (BPHA), dung dịch clorofom 2,5 g/l.

4.14 Vanadi, dung dịch tiêu chuẩn.

4.14.1 Dung dịch vanadi gốc, 1 000 $\mu\text{g V/ml}$.

Sấy vài gam amoni metavanadat (NH_4VO_3) trong tủ sấy ở nhiệt độ $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong 1 h và để nguội đến nhiệt độ phòng trong bình hút ẩm. Cân 2,296 3 g sản phẩm đã sấy khô, chính xác đến 0,000 2 g, cho vào cốc 600 ml, cho thêm 400 ml nước nóng và đun nhẹ để hòa tan. Để nguội, cần thận cho thêm 50 ml axit sulfuric (4.4), chuyển vào bình định mức 1 000 ml, pha loãng bằng nước đến vạch mức và lắc đều.

4.14.2 Dung dịch vanadi tiêu chuẩn, 50 $\mu\text{g V/ml}$

Cho 5,0 ml dung dịch vanadi gốc (4.14.1) vào bình định mức 100 ml có chứa 70 ml nước và 5 ml axit sulfuric (4.4). Để nguội, pha loãng bằng nước đến vạch mức và lắc đều.

4.15 Dung dịch xây dựng đường chuẩn

Cho 25,0 ml dung dịch nền (4.11) và 7 ml axit octophosphoric (4.5) vào sáu phễu chiết 125 ml. Dùng pipet, cho những lượng dung dịch vanadi tiêu chuẩn (4.14.2) và nước như quy định trong Bảng 1 vào từng phễu chiết, lắc đều.

Bảng 1 – Dung dịch xây dựng đường chuẩn

Dung dịch vanadi tiêu chuẩn (4.14.2) ml	Nước ml	Nồng độ vanadi trong dung dịch đo $\mu\text{g/ml}$
--	------------	---

0	5,0	0
0,5	4,5	0,5
1,0	4,0	1,0
2,0	3,0	2,0
3,5	1,5	3,5
5,0	0	5,0

Để phát triển màu và chiết, sử dụng quy trình như mô tả trong 7.4.2, bắt đầu từ đoạn “Cho thêm 0,8 ml dung dịch kali permanganat (4.9)...”

5 Thiết bị, dụng cụ

Các thiết bị phòng thí nghiệm thông thường, kể cả pipet một mức và bình định mức phải phù hợp với các quy định của TCVN 7151 (ISO 648) và TCVN 7153 (ISO 1042), và các thiết bị, dụng cụ sau:

5.1 Chén bằng kim loại ziricon hoặc thủy tinh cacbon, dung tích khoảng 50 ml.

5.2 Lò núp, có khả năng điều chỉnh nhiệt độ ở $420\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$.

5.3 Máy đo màu.

6 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu

6.1 Mẫu phòng thí nghiệm

Để phân tích, sử dụng mẫu phòng thí nghiệm có cỡ hạt nhỏ hơn $100\text{ }\mu\text{m}$, được lấy và chuẩn bị theo 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 $160\text{ }\mu\text{m}$.

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

6.2 Chuẩn bị mẫu thử đã sấy sơ bộ

Trộn đều mẫu phòng thí 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 chứa. Sấy mẫu thử ở $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ theo 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 trên 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. Đối với phương pháp phân tích cụ thể này, điều kiện này hàm ý là việc lặp lại quy trình được thực hiện bởi cùng người thao tác tại thời điểm khác hoặc do một người thao tác khác, kể cả việc hiệu chuẩn lại phù hợp trong mỗi trường hợp.

7.2 Phân mẫu thử

Lấy một số mẫu đơn, cân khoảng 0,5 g mẫu thử đã sấy sơ bộ theo 6.2, chính xác đến 0,000 2 g.

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

7.3 Phép thử trắng và phép thử kiểm tra

Trong mỗi loạt phép thử, tiến hành song song một phép thử trắng và một phép thử mẫu chuẩn được chứng nhận cùng loại với mẫu quặng trong cùng một điều kiện. Trong phép thử trắng, sử dụng 25 ml dung dịch nền thay cho phần dung dịch thử. Mẫu thử đã sấy sơ bộ của mẫu chuẩn được chứng nhận phải được chuẩn bị như quy định trong 6.2.

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

Khi thực hiện phân tích một số mẫu cùng lúc, có thể sử dụng giá trị phép thử trắng 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

Cho 2,00 g natri peroxit (4.2) vào chén ziricon hoặc thủy tinh cacbon (5.1). Cho vào ngay phần mẫu thử (7.2) và trộn đều bằng đũa thủy tinh hoặc thìa niken. Nung chảy trên đầu đốt và cẩn thận lắc xoáy cốc cho đến khi phần tan chảy có màu đỏ anh đào và trong. Ngừng nung và cẩn thận tạo xoáy để nguội phần tan chảy đến rắn tạo thành lớp mỏng trên thành chén. Đặt ngay chén vào cốc 300 ml, đặt bằng nắp kính đồng hồ, nhắc nhanh nắp lên để cho thêm 5 ml nước vào chén. Khi ngừng sủi bọt, chuyển hết mẫu trong chén vào cốc, dùng khoảng 5 ml nước để tráng rửa.

Thêm 32 ml axit sulfuric (4.4) vào cốc, rửa chén bằng 5 ml nước và lấy chén ra.

TCVN 1674-1 : 2009

Cho thêm 1 đến 2 giọt hydro peroxit (4.6) cho đến khi dung dịch xuất hiện màu vàng trong. Để sôi trong khoảng 2 min, để nguội, sau đó chuyển vào bình định mức 50 ml, pha loãng bằng nước đến vạch mức và lắc đều. (Đây là dung dịch thử).

7.4.2 Sự phát triển màu và chiết

Sử dụng pipet, đưa các phần tương ứng (xem Bảng 2) của dung dịch thử và dung dịch nền vào phễu chiết 125 ml, cho thêm 7 ml axit octophosphoric (4.5) và 5 ml nước, và lắc đều.

Bảng 2 – Hướng dẫn pha dung dịch thử

Hàm lượng vanadi %	Phần dung dịch thử (7.4.1) ml	Phần dung dịch nền (4.11) ml	Khối lượng vanadi trong dung dịch thử µg
0,005 đến 0,10	25	0	12,5 đến 250
0,10 đến 0,20	10	15	100 đến 200
0,20 đến 0,50	5	20	100 đến 250

Cho 0,8 ml dung dịch kali permanganat (4.9), lắc đều, sau đó để yên trong 4 min. Cho thêm 5 ml dung dịch urê (4.8), và sau đó vừa khuấy vừa cho thêm 1 ml dung dịch natri nitrit (4.7) từng giọt một, và để yên trong 1 min. Cho thêm 25 ml axit clohydric (4.3) và 10 ml dung dịch BPHA (4.13), và lắc trong 45 s. Để tách thành hai lớp, lấy ra lớp hữu cơ (phần chiết chính) bằng cách lọc qua miếng vải bông hút nước đặt trong cuống phễu, hoặc lọc qua giấy lọc khô trong phễu thông thường lọc vào bình định mức 50 ml khô, giữ lại lớp nước.

Cho thêm 10 ml clorofom (4.12) vào phễu chiết và lắc trong 30 s. Để tách thành hai lớp, lấy lớp hữu cơ ra bằng cách lọc qua vải bông hút nước hoặc giấy lọc. Gộp với phần chiết chính, pha loãng bằng clorofom (4.12) đến vạch mức và lắc đều.

CHÚ Ý Các thao tác liên quan đến việc sử dụng clorofom phải được thực hiện trong khu vực mát, thông thoáng.

Để đảm bảo dung dịch thử và dung dịch xây dựng đường chuẩn có cùng điều kiện phát triển màu, mỗi dung dịch cần được lấy riêng theo sự phát triển màu và các bước chiết, và phải tránh sự phát triển màu hàng loạt.

Đối với dung dịch thử có chứa lớn hơn 1 mg titan. Phải cho thêm 10 ml dung dịch natri tripolyphosphat (4.10) trước khi cho thêm dung dịch kali permanganat (4.9).

7.4.3 Phép đo màu

Tiến hành đo màu dung dịch thử tại bước sóng 535 nm, trong cuvet có chiều dày 1 cm, sau khi điều chỉnh máy đo màu (5.3) để độ hấp thụ clorofom (4.12) về zero.

7.4.4 Xây dựng đường chuẩn

7.4.4.1 Phép đo màu

Đo độ hấp thụ của từng dung dịch xây dựng đường chuẩn (4.15), sử dụng dung dịch xây dựng đường chuẩn và 0 ml dung dịch vanadi tiêu chuẩn (4.14.2) để so sánh, theo hướng dẫn nêu trong 7.4.3.

7.4.4.2 Xây dựng đường chuẩn

Xây dựng đường chuẩn bằng cách vẽ độ hấp thụ theo nồng độ vanadi trong dung dịch đo, biểu thị bằng microgam trên mililit.

8 Biểu thị kết quả

8.1 Tính hàm lượng vanadi

Sử dụng đường chuẩn (7.4.4.2) để chuyển độ hấp thụ (7.4.3) dung dịch thử đã phát triển màu và dung dịch thử trắng về nồng độ tương ứng, biểu thị bằng microgam vanadi trên mililit.

Hàm lượng vanadi, w_v , biểu thị bằng phần trăm khối lượng, tính theo công thức sau:

$$\begin{aligned} w_v &= (\rho_{v,1} - \rho_{v,0}) \times \frac{1}{10^6} \times \frac{V_1}{V_2} \times \frac{V_3}{m} \times 100 \\ &= (\rho_{v,1} - \rho_{v,0}) \times \frac{1}{10^6} \times \frac{50}{V_2} \times \frac{50}{m} \times 100 \\ &= (\rho_{v,1} - \rho_{v,0}) \times \frac{1}{4V_2 m} \end{aligned} \quad (1)$$

trong đó

$\rho_{v,0}$ là hàm lượng vanadi trong dung dịch thử trắng (7.3) tính bằng microgam trên mililit;

$\rho_{v,1}$ là hàm lượng vanadi trong dung dịch thử (7.4.1) tính bằng microgam trên mililit;

V_1 là thể tích dung dịch thử, tính bằng mililit;

V_2 là thể tích phần phân dung dịch thử theo (Bảng 2), tính bằng mililit;

V_3 là thể tích của dung dịch thử đã đổi màu, tính bằng mililit (7.4.2);

m là khối lượng của phần mẫu thử (7.2), 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, biểu thị bằng các phương trình hồi quy sau¹:

$$R_d = 0,033\ 3\ X + 0,001\ 0 \quad (2)$$

$$P = 0,050\ 8\ X - 0,001\ 1 \quad (3)$$

$$\sigma_d = 0,011\ 8\ X + 0,000\ 4 \quad (4)$$

$$\sigma_L = 0,015\ 3\ X + 0,000\ 3 \quad (5)$$

trong đó

X là hàm lượng vanadi của mẫu thử, biểu thị bằng phần trăm khối lượng, được tính như sau:

¹ Các thông tin bổ sung được nêu trong Phụ lục B và C.

- dùng công thức (2) và (4) trong cùng phòng thí nghiệm: trung bình số học của kết quả song song;
- dùng công thức (3) và (5) trong phạm vi giữa các phòng thí nghiệm: trung bình số học kết quả cuối cùng (8.2.3) của hai phòng thí nghiệm.

R_d là giới hạn song song độc lập;

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

σ_d là độ lệch chuẩn song song độc lập;

σ_L là độ lệch chuẩn giữa các phòng thí nghiệm.

8.2.2 Xác định kết quả phân tích

Tính các kết quả song song độc lập theo công thức (1), so sánh các kết quả này với kết quả giới hạn song song độc lập (R_d), sử dụng quy trình nêu trong Phụ lục A, và thu được kết quả phòng thí nghiệm cuối cùng μ_c (xem 8.2.5).

8.2.3 Độ chụm giữa các phòng thí nghiệm

Độ chụm giữa các phòng thí nghiệm được sử dụng để xác định sự phù hợp của kết quả cuối cùng do hai phòng thí nghiệm báo cáo. Giả thiết rằng cả hai phòng thí nghiệm cùng thực hiện quy trình mô tả trong 8.2.2.

Tính chỉ số sau

$$\mu_{1,2} = \frac{\mu_1 + \mu_2}{2} \quad (6)$$

trong đó

μ_1 là báo cáo kết quả cuối cùng của phòng thí nghiệm 1;

μ_2 là báo cáo kết quả cuối cùng của phòng thí nghiệm 2;

$\mu_{1,2}$ là giá trị trung bình của các kết quả cuối cùng.

Thay $\mu_{1,2}$ 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 hai của 7.3). Tính kết quả phân tích μ_c đối với RM/CRM sử dụng quy trình trong 8.1 và 8.2.1 đến 8.2.3, và so sánh với giá trị chuẩn hoặc giá trị được chứng nhận A_c . Có hai khả năng:

TCVN 1674-1 : 2009

- a) $|\mu_c - A_c| \leq C$ trong trường hợp này chênh lệch giữa kết quả phân tích và giá trị chuẩn/chứng nhận là không đáng kể về mặt thống kê;
- b) $|\mu_c - A_c| > C$ trong trường hợp này chênh lệch giữa kết quả phân tích và giá trị chuẩn/chứng nhận là đáng kể về mặt thống kê;

trong đó

- μ_c là kết quả phân tích trên mẫu CRM/RM;
- A_c là giá trị chuẩn chứng nhận/chuẩn đối với CRM/RM;
- C là giá trị phụ thuộc vào loại CRM/RM đã sử dụng.

Các mẫu chuẩn đã được chứng nhận sử dụng cho mục đích này phải được chuẩn bị và chứng nhận theo ISO Guide 35:2006 *Mẫu chuẩn – Nguyên tắc chung và nguyên tắc thống kê để chứng nhận*.

Đối với CRM/RM đã được chứng nhận bởi chương trình thử nghiệm liên phòng.

$$C = 2\left[\sigma_L^2 + \frac{\sigma_d^2}{n} + V(A_c)\right]^{1/2} \quad (7)$$

trong đó

- $V(A_c)$ là phương sai của giá trị chứng nhận/chuẩn A_c ($=0$ đối với CRM/RM do một phòng thí nghiệm chứng nhận);
- n là số phép thử lặp lại đã tiến hành trên CRM/RM.

Tránh sử dụng các CRM do một phòng thí 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 trong Phụ lục A, tính đến số thập phân thứ năm và làm tròn đến số thập phân thứ ba như sau:

- a) nếu số thập phân thứ tư nhỏ hơn 5 thì bỏ đi và giữ nguyên số thập phân thứ ba;
- b) nếu số thập phân thứ tư bằng 5 và số thập phân thứ năm khác 0, hoặc số thập phân thứ tư lớn hơn 5 thì tăng số thập phân ba lên một đơn vị;
- c) nếu số thập phân thứ tư bằng 5 và số thập phân thứ năm bằng 0 thì bỏ số 5 và giữ nguyên số thập phân thứ ba 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 vanadi oxit

Hàm lượng vanadi oxit biểu thị bằng phần trăm khối lượng tính theo công thức sau:

$$w_{V_2O_5} = 1,7852w_V$$

(8)

9 Báo cáo thử nghiệm

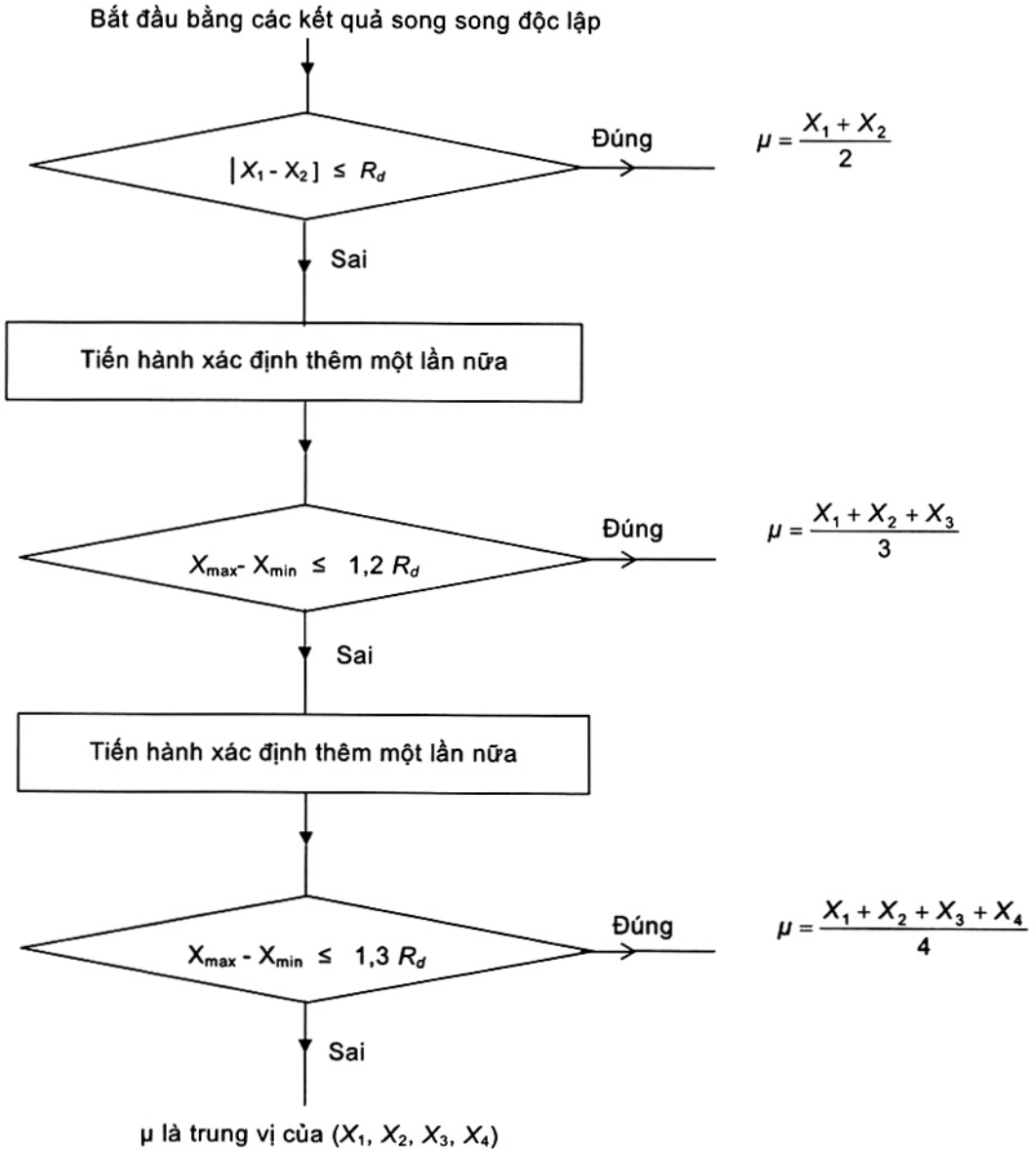
Báo cáo thử nghiệm gồm các thông tin sau:

- a) tên và địa chỉ phòng thử nghiệm;
- b) ngày tháng báo cáo kết quả;
- 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



R_d : như xác định trong 8.2.1

Phụ lục B

(tham khảo)

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

Các phương trình hồi quy trong 8.2.1 được rút ra từ những kết quả thử của chương trình phân tích quốc tế tiến hành trong năm 1985 và 1986 thực hiện trên bảy mẫu quặng do 12 phòng thí nghiệm của bảy 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.

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

Mẫu	Hàm lượng vanadi % (khối lượng)
Quặng vè viên vùng sông Savage	0,523
Cát chứa sắt Philipin	0,307
Quặng vùng MalMBERGET MAC 10	0,104
Quặng mịn vùng Tuollavaara	0,060
Quặng IRSID MO2-1	0,034
Quặng vè viên vùng Whyalla	0,011
Quặng vùng Canada SCH-1	0,004

CHÚ THÍCH 1 Báo cáo của chương trình thử nghiệm quốc tế và phân tích thống kê các kết quả (tài liệu ISO/TC102/SC2 N 840) được lưu tại Ban thư ký ISO/TC102/SC2.

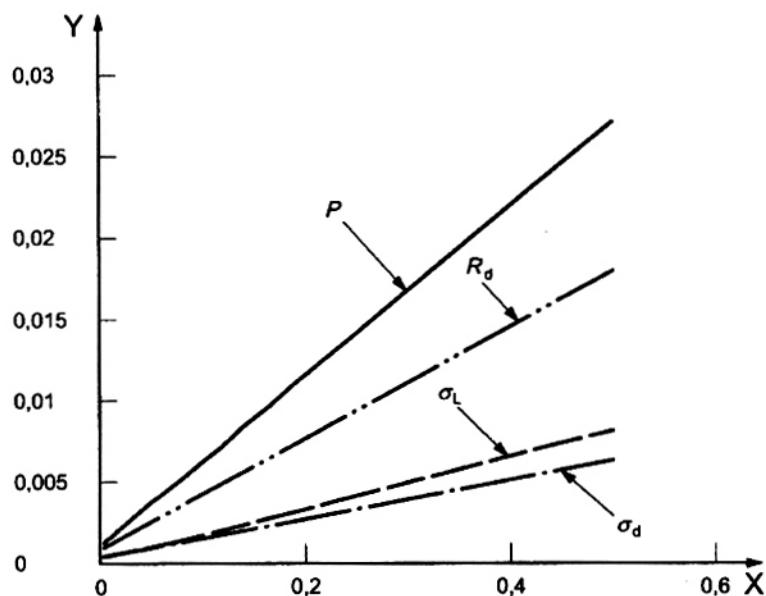
CHÚ THÍCH 2 Phân tích thống kê được trình bày phù hợp với các nguyên tắc của TCVN 6910-2 (ISO 5725-2) *Độ chính xác (độ đúng và độ chụm) của phương pháp đo và kết quả đo – Phần 2: Phương pháp cơ bản xác định độ lặp lại và độ tái lập của phương pháp đo tiêu chuẩn.*

Phụ lục C

(tham khảo)

Các dữ liệu về độ chụm thu được từ chương trình phân tích quốc tế

CHÚ THÍCH Hình C.1 là sự biểu thị bằng đồ thị các phương trình nêu trong 8.2.1.



CHÚ DẪN

X Hàm lượng vanadi, %

Y Độ chụm, %

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