

**TCVN 1673 : 2007**

**ISO 15634 : 2005**

Xuất bản lần 2

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

*Iron ores – Determination of chromium content –  
Flame atomic absorption spectrometric method*

**HÀ NỘI – 2007**



## Lời nói đầu

**TCVN 1673 : 2007** thay thế TCVN 1673 : 1986.

**TCVN 1673 : 2007** hoàn toàn tương đương với ISO 15634 : 2005.

**TCVN 1673 : 2007** do Tiểu ban Kỹ thuật Tiêu chuẩn 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.



## Quặng sắt – Xác định hàm lượng crom – Phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa

*Iron ores – Determination of chromium content –  
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 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 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 crom trong quặng sắt.

Phương pháp này có thể áp dụng cho dải hàm lượng crom từ 0,0016 % đến 0,1 % 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 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 (nếu có).

TCVN 1664 : 2007 (ISO 7764 : 2006) 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.

## TCVN 1673 : 2007

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 axit clohydric và axit nitric.

Phần lớn sắt trong nước lọc được loại bằng cách chiết với 4-methylpentan-2-one.

Nung phần cặn không tan và loại bỏ silic dioxit bằng cách cô với axit flohydric và axit sulfuric.

Cặn được nung chảy với hỗn hợp natri cacbonat và natri tetraborat, sau đó hoà tan bằng axit clohydric rồi gộp chung với dung dịch chính.

Phun dung dịch vào ngọn lửa của máy hấp thụ nguyên tử sử dụng đầu đốt nitơ oxit – axetylen.

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

### 4 Thuốc thử

Trong quá trình phân tích, chỉ sử dụng thuốc thử tinh khiết phân tích.

**4.1 Nước**, phù hợp với loại 2 như quy định trong TCVN 4851 (ISO 3696).

**4.2 Natri cacbonat** ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ), bột khan.

**4.3 Natri tetraborat** ( $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ ), bột khan.

**4.4 Lithi tetraborat** ( $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ ), bột khan.

**4.5 Axit clohydric**,  $\rho$  1,16 g/ml đến 1,19 g/ml.

**4.6 Axit clohydric**,  $\rho$  1,16 g/ml đến 1,19 g/ml, pha loãng 2 + 1.

**4.7 Axit clohydric**,  $\rho$  1,16 g/ml đến 1,19 g/ml, pha loãng 1 + 1.

**4.8 Axit clohydric**,  $\rho$  1,16 g/ml đến 1,19 g/ml, pha loãng 2 + 100.

**4.9 Axit nitric**,  $\rho$  1,4 g/ml.

**4.10 Axit nitric**,  $\rho$  1,4 g/ml, pha loãng 1 + 1.

**4.11 Axit flohydric**,  $\rho$  1,13 g/ml, 40 % khối lượng, hoặc  $\rho$  1,19 g/ml, 48% khối lượng.

**4.12 Axit sulfuric**,  $\rho$  1,84 g/ml.

**4.13 Axit sulfuric**,  $\rho$  1,84 g/ml, pha loãng 1 + 1.

**4.14 Methylpentan-2-one**, (metyl isobutyl keton, MIBK).

**4.15 Dung dịch crom tiêu chuẩn A**, 100  $\mu\text{g}$  Cr/ml.

Hoà tan 0,100 0 g kim loại crom [độ tinh khiết > 99,9 % khối lượng, xem Chú thích tại 4.16] trong 20 ml axit clohydric (4.7). Sau khi làm nguội chuyển sang bình định mức 1 000 ml, Pha loãng bằng nước (4.1) đến thể tích và lắc đều.

#### **4.16 Dung dịch crom tiêu chuẩn B, 10 µg Cr/ml.**

Chuyển 100,0 ml dung dịch tiêu chuẩn crom A (4.15) vào bình định mức 1 000 ml. Pha loãng bằng nước đến thể tích và lắc đều.

**CHÚ THÍCH** Độ tinh khiết của kim loại công bố trong chứng nhận thông thường không tính đến sự có mặt của các khí hấp phụ như oxy, cacbon monoxit, ...v.v.

## **5 Thiết bị, dụng cụ**

Thiết bị thông thường của phòng thí nghiệm, bao gồm pipet một vạch, bình định mức 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 bạch kim, dung tích tối thiểu 25 ml.**

### **5.2 Lò múp**

### **5.3 Máy quang phổ hấp thụ nguyên tử, được trang bị đầu đốt dinitơ oxit – axetylen**

**CẢNH BÁO** Bật và tắt ngọn lửa dinitơ oxit – axetylen phải theo hướng dẫn của nhà sản xuất để tránh nguy cơ nổ. Phải đeo kính màu an toàn khi đầu đốt đang làm việc.

Máy quang phổ hấp thụ nguyên tử phải đáp ứng các tiêu chí sau:

- a) *Độ nhạy tối thiểu* – độ hấp thụ của dung dịch hiệu chuẩn có nồng độ cao nhất (xem 7.4.4) phải bằng ít nhất là 0,3.
- b) *Độ tuyến tính* – độ dốc của đồ thị đường chuẩn với dải nồng độ trên 20 % dưới điểm cao nhất của nồng độ (biểu thị bằng sự thay đổi độ hấp thụ) không nhỏ hơn 0,7 của giá trị độ dốc ở dải nồng độ dưới 20 % khi xác định theo cùng phương pháp.
- c) *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 trắng, được tính từ số lượng đủ lớn các phép đo lặp lại tương ứng, không được nhỏ hơn 1,5 % và 0,5 % giá trị trung bình độ hấp thụ của dung dịch hiệu chuẩn có nồng độ cao nhất.

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

**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 thí nghiệm và có thể sử dụng như các hướng dẫn.

– Dòng đèn catốt rỗng

10 mA

## **TCVN 1673 : 2007**

- Bước sóng 357,9 nm
- Tốc độ dòng dinitơ oxit  $\approx 10$  l/phút
- Tốc độ dòng axetylen 5 l/phút

Sử dụng ngọn lửa dinitơ oxit – axetylen.

Trong các thiết bị không sử dụng 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 thí nghiệm**

Để phân tích, sử dụng mẫu phòng thí nghiệm có cỡ hạt nhỏ hơn  $100 \mu\text{m}$  được lấy và chuẩn bị theo ISO 3082. Trong trường hợp quặng có hàm lượng nước liên kết đáng kể hoặc các hợp chất có thể bị ôxy hoá, sử dụng cỡ hạt nhỏ hơn  $160 \mu\text{m}$ .

**CHÚ THÍCH** Hướng dẫn về hàm lượng nước liên kết đáng kể và các hợp chất có thể bị ôxy hoá theo TCVN 1664 : 2007 (ISO 7764 : 2006).

Cần đảm bảo rằng mẫu không được nghiền trong cối niken/crom

### **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. Sấy mẫu thử ở  $105 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$  theo TCVN 1664 : 2007 (ISO 7764 : 2006). (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 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. Đối với phương pháp phân tích cụ thể này, điều kiện này hàm ý là việc tái diễn 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 6.2, chính xác đến 0,000 2 g.

Thao tác lấy và cân phần mẫu thử 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 chất chuẩn được chứng nhận cùng loại với mẫu quặng trong cùng một điều kiện. Mẫu thử đã sấy sơ bộ của chất chuẩn được chứng nhận phải được chuẩn bị như quy định tại 6.2.

Chất chuẩn được chứng nhận phải cùng loại với mẫu phân tích và tính chất của hai mẫu phải gần giống nhau để đảm bảo, trong cả hai trường hợp không cần có sự thay đổi đáng kể trong quy trình phân tích. Khi không có chất chuẩn được chứng nhận, có thể sử dụng chất chuẩn (xem 8.2.4)

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

### 7.4 Phép xác định

#### 7.4.1 Phân hủy phần mẫu thử

Chuyển phần mẫu thử (7.2) vào trong cốc cao thành 250 ml. Tắm ướt bằng vài mililit nước (4.1). Thêm 25 ml axit clohydric (4.5), đậy cốc bằng nắp kính đồng hồ và đun nóng trong 1 giờ trên tấm gia nhiệt điều chỉnh để nhiệt độ đến 100 °C bằng cách dùng cốc thử có chứa một lượng axit sulfuric (4.12) tương tự.

Nếu có nhiều cặn không tan, tiếp tục đun ở vùng nhiệt độ cao hơn của tấm gia nhiệt, tránh để dung dịch sôi.

Sau khi đun, thể tích dung dịch giảm đi khoảng 10 ml.

Thêm 5 ml axit nitric (4.9) và 0,2 ml axit sulfuric (4.13), đun tiếp trong khoảng 15 phút rồi cô dung dịch đến gần khô.

Nếu mẫu thử có hàm lượng bari cao, không cần thêm axit sulfuric (4.13).

Phải đậy nắp kính đồng hồ để ngăn sự thăng hoa của các clorua. Trong quá trình cô, mở hé nắp kính đồng hồ.

Thêm 20 ml axit clohydric (4.7) và đun nóng để hoà tan các muối. Làm nguội, tia rửa nắp kính đồng hồ và thành cốc, rồi lọc dung dịch qua giấy lọc mịn chứa bột lọc (từ 0,3 g đến 0,4 g khối lượng khô) vào trong cốc 200 ml. Tách cẩn thận tất cả các hạt bám dính bằng que thủy tinh bọc cao su hoặc mảnh giấy lọc ẩm, rồi chuyển vào phễu lọc, rửa giấy lọc bằng axit clohydric ẩm (4.8) cho đến khi không còn nhận thấy sắt, và rửa lại giấy lọc ba đến bốn lần bằng nước ấm (4.1). Giữ nước lọc và nước rửa trong cốc 200 ml như là dung dịch chính. Chuyển giấy lọc và cặn lọc vào chén bạch kim (5.1).

## **TCVN 1673 : 2007**

### **7.4.2 Loại sắt**

Đun nóng dung dịch chính và cô đến gần khô. Hoà tan các muối trong 15 ml axit clohydric (4.6) rồi chuyển vào phễu chiết 200 ml. Rửa cốc bằng 20 ml axit clohydric (4.6) và chuyển nước rửa vào phễu.

Thêm 50 ml 4-metylpentan-2-one (4.14) vào phễu và lắc trong 1 phút. Để phân lớp rồi lấy lớp chất lỏng phía dưới vào cốc 200 ml. Rửa lớp hữu cơ bằng cách thêm 10 ml axit clohydric (4.6) vào phễu chiết và lắc trong 30 giây. Để phân lớp rồi lấy lớp chất lỏng phía dưới vào cốc 200 ml chứa lớp chất lỏng ban đầu. Loại bỏ lớp hữu cơ.

Đun nhẹ dung dịch và đuổi đến gần như hoàn toàn 4-metylpentan-2 trong dung dịch. Sau đó thêm 5 ml axit nitric (4.9) và cô đến khô. Hoà tan muối trong 20 ml axit clohydric (4.7).

### **7.4.3 Xử lý cặn**

Sấy và tro hoá giấy lọc trong chén bạch kim (5.1) ở nhiệt độ thấp (500 °C đến 800 °C), và nung cặn. Làm nguội, tẩm ướt bằng 1 đến 2 giọt nước (4.1), thêm 3 giọt axit sulfuric (4.12) và 5 ml axit flohydric (4.11). Cô chậm để đuổi silic dioxit và đun nóng tiếp tục để loại axit sulfuric. Nung ở 800 °C trong vài phút rồi để nguội. Thêm 1,2 g hỗn hợp 0,8 g natri cacbonat (4.2) và 0,4 g natri tetraborat (4.3) vào cặn và trộn đều. Đun nhẹ trong vài phút sau đó nung ở 1000 °C khoảng 15 phút trong lò múp (5.2) hoặc trên đầu đốt không khí nén trong thời gian đủ để chảy đồng đều.

Có thể sử dụng lithi tetraborat (4.4) thay cho natri tetraborat (4.3). Trong trường hợp này, natri tetraborat cũng phải thay thế bằng lithi tetraborat trong dung dịch hiệu chuẩn (7.4.4) và dung dịch để điều chỉnh ngọn lửa (7.4.5).

Để chén nguội, thêm 10 ml axit clohydric (4.7) rồi đun nhẹ để hoà tan khối chảy. Gộp dung dịch này với dung dịch chính từ (7.4.2), đun nóng để loại cacbon dioxit rồi làm nguội. Chuyển vào bình định mức 100 ml (đối với mẫu có hàm lượng crom nhỏ hơn 0,01 % tính theo khối lượng, sử dụng bình định mức 50 ml). Pha loãng bằng nước (4.1) đến thể tích và lắc đều. (Đây là dung dịch thử).

### **7.4.4 Chuẩn bị dung dịch hiệu chuẩn**

Cho vào dây sáu cốc dung tích 200 ml, 30 ml axit clohydric (4.7), 0,2 ml axit sulfuric (4.13) và hỗn hợp 0,8 g natri cacbonat (4.2) và 0,4 g natri tetraborat (4.3). Đun nóng để loại bỏ cacbon dioxit và để nguội.

Dùng pipet hoặc buret thêm 0 ml; 1,0 ml; 3,0 ml; 5,0 ml; 7,0 ml và 10,0 ml dung dịch crom tiêu chuẩn A (4.15) đối với các mẫu chứa từ 0,01 % đến 0,1 % crom, hoặc dung dịch crom tiêu chuẩn B (4.16) đối với các mẫu chứa crom từ 0,001 % đến 0,01 %.

Chuyển lần lượt vào sáu bình định mức 100 ml (bình định mức 50 ml đối với dung dịch crom tiêu chuẩn B), pha loãng bằng nước (4.1) đến thể tích và lắc đều. Các dung dịch hiệu chuẩn này có

khoảng nồng độ từ 0 µg/ml đến 10 µg/ml trong trường hợp dung dịch tiêu chuẩn A hoặc từ 0 µg/ml đến 2 µg/ml trong trường hợp dung dịch tiêu chuẩn B.

#### **7.4.5 Chuẩn bị dung dịch điều chỉnh ngọn lửa**

Sử dụng dung dịch hiệu chuẩn crom có nồng độ cao nhất được chuẩn bị tại 7.4.4, sử dụng dung dịch crom tiêu chuẩn A (4.15).

#### **7.4.6 Chính máy quang phổ hấp thụ nguyên tử**

Tối ưu hoá tín hiệu thiết bị theo 5.3. Đặt bước sóng 357,9 nm để nhận được độ hấp thụ cực tiểu và điều chỉnh số đo độ hấp thụ về zero. Bật ngọn lửa dinitơ oxit – axetylen. Sau 10 phút sấy lại đầu đốt, nếu cần, phun nước và điều chỉnh lại số đo độ hấp thụ về zero. Phun dung dịch hiệu chuẩn crom có nồng độ cao nhất (7.4.4) và chỉnh dòng nhiên liệu và vị trí đầu đốt để thu được độ hấp thụ cực đại.

**CHÚ THÍCH** Ở điều kiện tối ưu để loại bỏ nhiễu của crom, độ nhạy có thể giảm khoảng từ 10 % đến 20 %.

Kiểm tra việc duy trì các điều kiện đối với độ hấp thụ bằng zero và đánh giá theo 5.3.

Lặp lại việc phun nước và dung dịch hiệu chuẩn crom có nồng độ cao nhất để khẳng định độ hấp thụ đọc được không có sai số thiết bị. Đặt số đo độ hấp thụ của nước về zero.

#### **7.4.7 Phép đo hấp thụ nguyên tử**

Phun các dung dịch hiệu chuẩn (7.4.4) và dung dịch thử (7.4.3) theo thứ tự độ hấp thụ tăng dần, bắt đầu từ dung dịch hiệu chuẩn zero (7.4.4) và dung dịch thử trắng. Khi mỗi dung dịch đã ổn định, ghi lại số đo. Phun nước vào giữa mỗi lần phun dung dịch hiệu chuẩn và dung dịch thử.

Hiệu chỉnh giá trị độ hấp thụ thu được đối với các dung dịch hiệu chuẩn bằng cách trừ đi độ hấp thụ của dung dịch hiệu chuẩn zero, chuẩn bị đường chuẩn bằng cách dựng đồ thị các giá trị độ hấp thụ thực và nồng độ crom tính bằng microgam trên mililit. Nếu đồ thị có dạng tuyến tính, lấy hiệu số độ hấp thụ nhận được đối với đối với dung dịch thử trừ đi độ hấp thụ nhận được đối với phép thử trắng, sử dụng đồ thị, tính chuyển độ hấp thụ thực ra microgam crom trên mililit.

Nếu bất kỳ đường cong nhận được sát với giới hạn quy định trong 5.3.b), dựng lại đồ thị với việc sử dụng các giá trị không hiệu chỉnh đối với tất cả các dung dịch và xác lập nồng độ của dung dịch hiệu chuẩn trắng từ giao điểm của đồ thị với nhánh giá trị âm của trục nồng độ. Cộng giá trị này vào giá trị nồng độ danh định của dung dịch hiệu chuẩn rồi vẽ lại đồ thị. Từ đồ thị, xác định nồng độ crom trong dung dịch thử trắng và dung dịch thử, tính bằng microgam trên mililit, rồi hiệu chỉnh nồng độ của dung dịch thử với nồng độ của phép thử trắng.

## **8 Biểu thị kết quả**

## TCVN 1673 : 2007

### 8.1 Tính hàm lượng crom

Hàm lượng crom,  $w_{Cr}$ , tính bằng phần trăm khối lượng, lấy đến năm số thập phân, theo một trong các công thức sau:

Đối với hàm lượng crom nhỏ hơn 0,01 % khối lượng

$$w_{Cr} \% = \frac{w_{Cr} \times 50}{m \times 10^6} \times 100 = \frac{w_{Cr} \times 0,005}{m} \quad (1)$$

Đối với hàm lượng crom bằng và lớn hơn 0,01 % khối lượng

$$w_{Cr} \% = \frac{w_{Cr} \times 100}{m \times 10^6} \times 100 = \frac{w_{Cr} \times 0,01}{m} \quad (2)$$

trong đó

$w_{Cr}$  là nồng độ tính theo khối lượng của crom trong dung dịch thử cuối cùng, tính bằng microgam trên mililit;

$m$  là khối lượng phần mẫu thử trong dung dịch thử cuối cùng, 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 biểu thị bằng các phương trình hồi quy sau (xem Phụ lục B và C).

$$R_d = 0,010 2X^{0,4472} \quad (3)$$

$$P = 0,026 9X^{0,5475} \quad (4)$$

$$\sigma_d = 0,003 6X^{0,4472} \quad (5)$$

$$\sigma_L = 0,009 8X^{0,6126} \quad (6)$$

trong đó

$X$  là hàm lượng crom trong mẫu thử và được tính như sau:

- trong phòng thí nghiệm, dùng công thức (3) và (5), trung bình của kết quả song song;
- giữa các phòng thí nghiệm, dùng công thức (4) và (6), trung bình kết quả cuối cùng (8.2.5) của hai phòng thí nghiệm.

$R_d$  là giới hạn kết quả song song độc lập;

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

$\sigma_d$  là độ lệch chuẩn của kết quả song song độc lập;

$\sigma_L$  là độ lệch chuẩn giữa các phòng thí 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) và (2), so sánh chúng với giới hạn kết quả song song độc lập ( $R_d$ ), sử dụng quy trình nêu trong Phụ lục A, và nhận được kết quả cuối cùng của phòng thí nghiệm  $\mu_c$  (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 hai phòng thí nghiệm đều thực hiện quy trình mô tả trong 8.2.2.

Tính đại lượng sau

$$\mu_{1,2} = \frac{\mu_1 + \mu_2}{2}$$

trong đó

$\mu_1$  là kết quả cuối cùng của phòng thí nghiệm 1;

$\mu_2$  là kết quả cuối cùng của phòng thí nghiệm 2;

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

Thay  $\mu_{1,2}$  cho  $X$  trong phương trình (4) 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 chất chuẩn đã được chứng nhận (CRM) hoặc chất chuẩn (RM) (xem chú thích tại 7.3). Tính kết quả phân tích ( $\mu$ ) đối với CRM/RM sử dụng các quy trình tại 8.1 và 8.2, và so sánh với giá trị chuẩn hoặc giá trị chuẩn đã được chứng nhận  $A_c$ . Có hai khả năng:

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

trong đó

## TCVN 1673 : 2007

$\mu_c$  là kết quả cuối cùng đối với chất chuẩn được chứng nhận;

$A_c$  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 chất chuẩn đã được chứng nhận sử dụng cho mục đích này phải được chuẩn bị và chứng nhận theo ISO Guide 35.

Đối với CRM đã được chứng nhận bởi chương trình thử nghiệm liên phòng:

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

trong đó

$V(A_c)$  là phương sai của giá trị đã được/chứng nhận  $A_c$  (= 0 đối với CRM chỉ do một phòng thí nghiệm chứng nhận);

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

Tránh sử dụng 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 như được xác định theo quy định trong Phụ lục A, tính đến năm số thập phân và làm tròn đến số thập phân thứ ba như sau:

- Khi số thập phân thứ tư nhỏ hơn 5 thì bỏ đi và giữ nguyên số thập phân thứ ba;
- Khi 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 thứ ba lên một đơn vị;
- Khi 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 crom oxit

$$w_{Cr_2O_3} (\%) = 1,4615 w_{Cr} (\%)$$

## 9 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm gồm các thông tin sau:

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

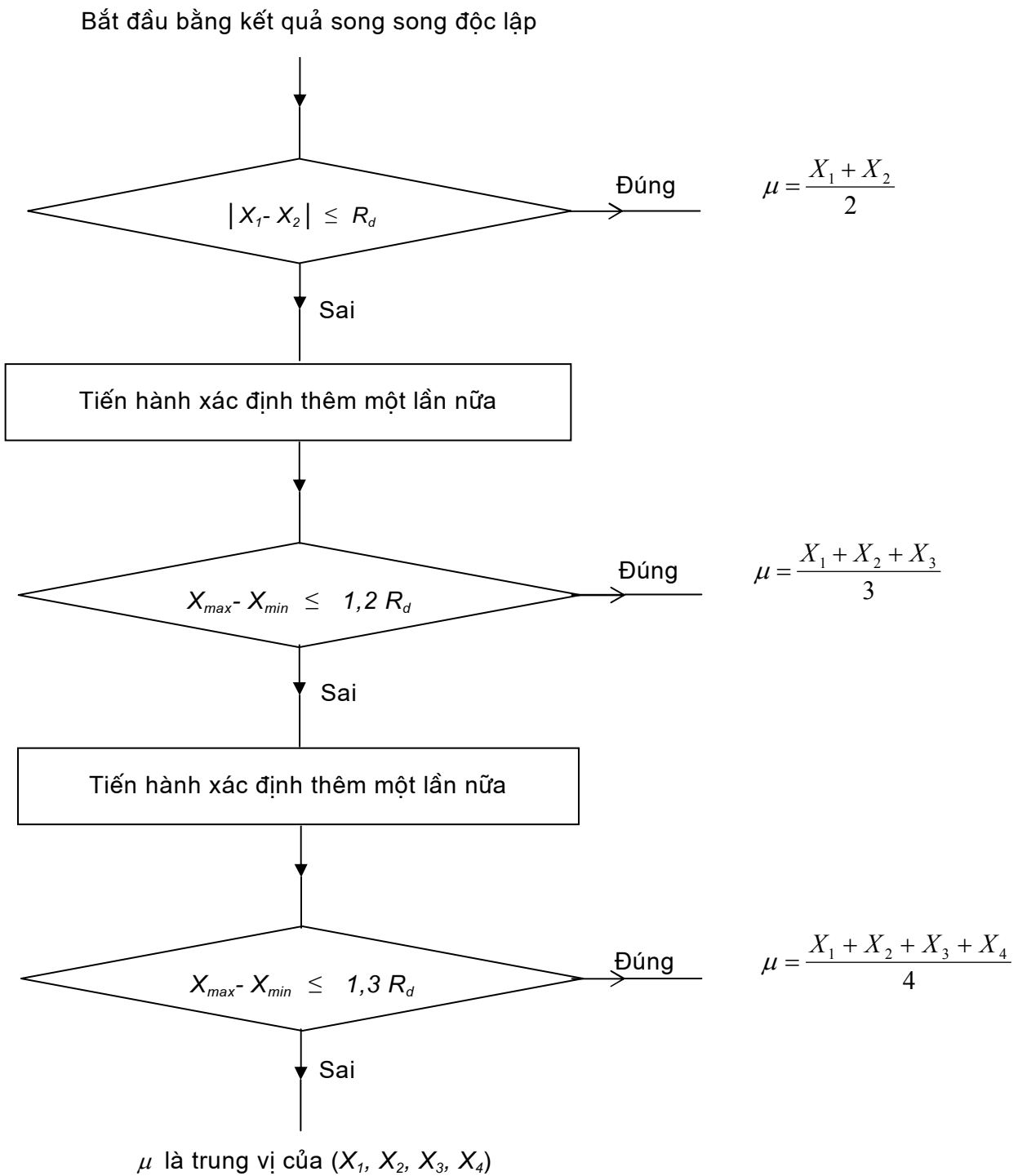
- c) viện dẫn tiêu chuẩn này;
- d) các chi tiết cần thiết để nhận biết mẫu;
- e) kết quả phân tích;
- f) số tham chiếu của phiếu kết quả;
- g) bất kỳ các đặc điểm đã ghi nhận trong quá trình xác định, các thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này có thể ảnh hưởng đến kết quả của mẫu thử hoặc chất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

**Phụ lục A**

(quy định)

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

Hình A.1 nêu quy trình để chấp nhận kết quả phân tích đối với mẫu thử



**Hình A.1 – Lưu đồ**



**Phụ lục B**

(tham khảo)

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

Các công thức trong 8.2.1 được lấy từ những kết quả của các loạt phân tích quốc tế tiến hành trong năm 2000 trên bảy mẫu quặng sắt do bảy phòng thí nghiệm của năm quốc gia thực hiện.

Xử lý theo phương pháp đồ thị các dữ liệu về độ chụm nêu trong Phụ lục C.

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

**Bảng B.1 – Hàm lượng crom trong mẫu thử**

<b>Mẫu</b>	<b>Hàm lượng crom, % khối lượng</b>
ASCRM 007	0,001 1
JSS 812-3	0,003 5
JSS 852-2	0,004
ECRM 680-1	0,004 7
JSS 851-4	0,027 7
ECRM 681-1	0,041 3
MW-1	0,086

CHÚ THÍCH 1 Báo cáo thử nghiệm quốc tế và phân tích thống kê các kết quả (tài liệu ISO/TC102/SC2 N 1420 E và 1423 E được lưu tại Ban thư ký ISO/TC 102/SC2).

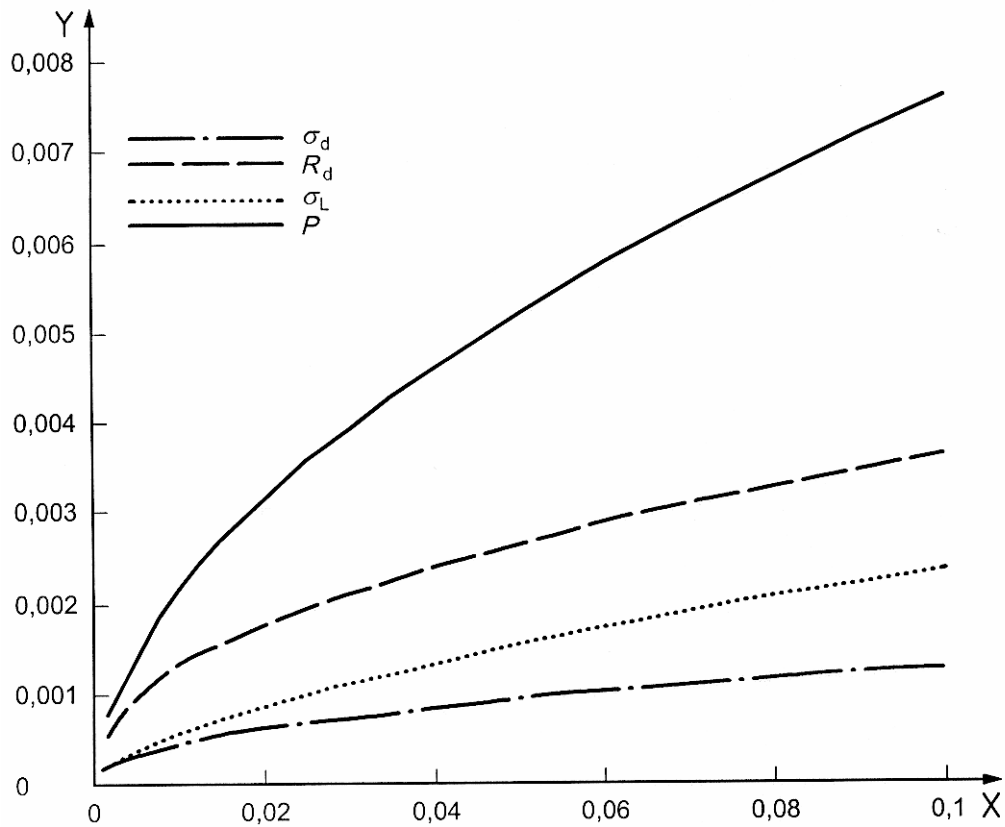
CHÚ THÍCH 2 Đánh giá thống kê được trình bày theo nguyên tắc của TCVN 6910-2 (ISO 5725-2).

**Phụ lục C**

(tham khảo)

**Số liệu về độ chụm thu được theo các thử nghiệm phân tích quốc tế**

Hình C.1 biểu thị bằng đồ thị các phương trình trong 8.2.1



**Chú dẫn**

X hàm lượng crom, % khối lượng

Y độ chụm, %

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

## Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] ISO Guide 35 Certification of reference materials – General and statistical principles (*Chứng nhận chất chuẩn – Nguyên tắc chung và nguyên tắc thống kê*)
- [2] 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 của phương pháp đo tiêu chuẩn.
-