

TCVN 1676-2 : 2007

ISO 5418-2 : 2006

Xuất bản lần 1

**QUẶNG SẮT – XÁC ĐỊNH ĐỒNG –
PHẦN 2: PHƯƠNG PHÁP QUANG PHỔ
HẤP THỤ NGUYÊN TỬ NGỌN LỬA**

*Iron ores – Determination of copper –
Part 2: Flame atomic absorption spectrometric method*

Lời nói đầu

TCVN 1676-2 : 2007 và TCVN 1676-1 : 2007 thay thế TCVN 1676 : 1986

TCVN 1676-2 : 2007 hoàn toàn tương đương với ISO 5418-2 : 2006.

TCVN 1676-2 : 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

TCVN 1676 (ISO 5418) với tên chung là: *Quặng sắt – Xác định đồng* gồm hai phần:

- Phần 1: Phương pháp đo màu 2,2'-biquinolyli;
- Phần 2: Phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa.

Quặng sắt – Xác định đồng – Phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa

Iron ores – Determination of copper –

Part 2: 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 đồng trong quặng sắt.

Phương pháp này có thể áp dụng để xác định hàm lượng đồng trong khoảng từ 0,004 % đến 0,8 % 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 phiên bản mới nhất, bao gồm cả các 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 thuỷ tinh – Pipet một mức.

TCVN 7153 (ISO 1042) Dụng cụ thí nghiệm bằng thuỷ 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 huỷ phần mẫu thử bằng axit clohydric, axit nitric và axit percloric. Dung dịch được cô với axit percloric và pha loãng rồi lọc toàn bộ cặn không tan.

Nồng độ đồng trong dung dịch được đo bằng quang phổ hấp thụ nguyên tử sử dụng ngọn lửa axetylen.

4 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).

Dụng cụ chưng cất không được chứa đồng và nước đã khử ion, không được tiếp xúc với ống hoặc vòi đồng.

4.1 Bột sắt kim loại, hàm lượng đồng < 0,001 %.

4.2 Natri cacbonat (Na_2CO_3), khan.

4.3 Axit clohydric, ρ 1,16 g/ml đến 1,19 g/ml.

4.4 Axit clohydric, ρ 1,16 g/ml đến 1,19 g/ml, pha loãng 1 + 2.

4.5 Axit nitric, ρ 1,4 g/ml.

4.6 Axit nitric, ρ 1,4 g/ml, pha loãng 1 + 1.

4.7 Axit percloric, dung dịch 60 % khối lượng, ρ 1,54 g/ml, hoặc dung dịch 70 % khối lượng, ρ 1,67 g/ml.

4.8 Axit flohydric, dung dịch 40 % khối lượng, ρ 1,13 g/ml hoặc dung dịch 48 % khối lượng, ρ 1,185 g/ml.

4.9 Dung dịch nền

Hoà tan 15 g bột sắt kim loại (4.1) trong 150 ml axit clohydric (4.4). Để nguội dung dịch đến nhiệt độ phòng, thêm 10 ml axit nitric (4.5). Đun nóng cẩn thận để loại khí nitơ ôxit, thêm vào 250 ml dung dịch percloric (4.7) rồi cô dung dịch đến bốc khói. Để bốc khói trong 10 phút, làm nguội dung dịch và pha loãng đến 1000 ml bằng nước.

4.10 Dung dịch đồng tiêu chuẩn

4.10.1 Dung dịch gốc

Hoà tan 1,000 g đồng kim loại trong 30 ml axit nitric loãng (4.6). Đun nóng để loại nitơ ôxit, làm nguội, chuyển sang bình định mức 1 000 ml, pha loãng bằng nước đến vạch mức rồi lắc đều.

1 ml dung dịch gốc chứa 1,00 mg đồng.

4.10.2 Dung dịch tiêu chuẩn A

Chuyển 100 ml dung dịch tiêu chuẩn gốc (4.10.1) vào bình định mức 1 000 ml. Pha loãng bằng nước đến vạch mức rồi lắc đều.

1 ml dung dịch tiêu chuẩn này chứa 0,10 mg đồng.

4.10.3 Dung dịch tiêu chuẩn B

Chuyển 10 ml dung dịch tiêu chuẩn A (4.10.2) vào bình định mức 100 ml. Pha loãng bằng nước đến vạch mức rồi lắc đều.

1 ml dung dịch tiêu chuẩn này chứa 0,010 mg đồng.

5 Thiết bị, dụng cụ

Thiết bị phòng thí nghiệm thông thường, bao gồm pipét một vạch, bình định mức phù hợp với các quy định về độ chính xác của TCVN 7151 (ISO 648) và TCVN 7153 (ISO 1042) và các thiết bị sau.

5.1 Cốc polytetrafluoretylen (PTFE), dung tích 150 ml.

5.2 Máy quang phổ hấp thụ nguyên tử.

CẢNH BÁO Phải theo hướng dẫn của nhà sản xuất, khi đốt và dập tắt ngọn lửa không khí – axetylen 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 phải thoả mãn các tiêu chí sau:

- Độ nhạy tối thiểu: độ hấp thụ của dung dịch hiệu chuẩn có nồng độ đồng cao nhất (xem 7.4.3) khi đo bằng cuvet 10 cm phải có giá trị ít nhất là 0,3.
- 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.
- 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 tương ứng, không được nhỏ hơn 1,5 % và 0,5 % của giá trị trung bình độ hấp thụ của dung dịch hiệu chuẩn có nồng độ cao nhất.

TCVN 1676-2 : 2007

Nên sử dụng thiết bị ghi và/hoặc thiết bị hiện số để đánh giá các tiêu chí trên và cho các loại phép đo.

CHÚ THÍCH 1 Bộ hiệu chỉnh nền trang bị bằng đèn catôt rỗng hydro hoặc deteri là thích hợp khi hàm lượng đồng trong khoảng từ 0,003 % đến 0,010 % khối lượng.

CHÚ THÍCH 2 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 hướng dẫn. Các dung dịch được phun vào ngọn lửa không khí – axetylen của đầu đốt.

Dòng điện đèn catôt rỗng (mA)	3
Bước sóng (nm)	324,7
Tốc độ dòng không khí (l/phút)	10
Tốc độ dòng axetylen (l/phút)	2

Trong các thiết bị không sử dụng tốc độ dòng khí nêu trên, 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 μm 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 oxy hoá, sử dụng cỡ hạt nhỏ hơn 160 μm .

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

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 Phép thử trắng và phép thử kiểm tra

Trong mỗi phép xác định, tiến hành song song cùng với mẫu quặng một phép thử trắng và một phép thử trên 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 (xem đoạn cuối của mục này).

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 một chất chuẩn được chứng nhận.

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

7.3 Phân mẫu thử

Lấy một số mẫu đơn, cân khoảng 0,5 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 ẩm lại.

7.4 Phép xác định

7.4.1 Phân huỷ phần mẫu thử

Chuyển phần mẫu thử (7.3) vào cốc PTFE 150 ml (5.1), tắm ướt bằng vài mililit nước, thêm 15 ml axit clohydric (4.3), đậy cốc bằng nắp kính đồng hồ và nung nhẹ. Tăng nhiệt độ và để quá trình phân rã diễn ra ngay dưới điểm sôi cho đến khi không còn phản ứng. Thêm 5 ml axit nitric (4.5) và đun 10 phút. Bỏ nắp kính đồng hồ, thêm 3 ml axit fluoric (4.8) đun tiếp trong 10 phút.

Tia rửa thành cốc bằng nước và thêm 5 ml axit percloric (4.7). Nung nhẹ, cô đến bốc khói trắng đặc axit percloric. Để bốc khói trong 2 phút đến 3 phút.

Để dung dịch nguội, thêm 50 ml nước rồi đun nhẹ để hoà tan muối.

Lọc dung dịch qua giấy lọc mịn, gom nước lọc và nước rửa vào bình định mức 100 ml. Tia rửa kỹ giấy lọc và cặn bằng nước ấm. Để nguội dung dịch cuối, sau đó pha loãng đến vạch và lắc đều. (Đây là dung dịch thử).

TCVN 1676-2 : 2007

Nếu còn một lượng cặn đáng kể sau quá trình phân huỷ, hoặc nếu bất kỳ chất cặn nào nghi ngờ có chứa lượng đồng đáng kể, phải xác định riêng hàm lượng đồng trong chúng sau khi đốt, nung với natri cacbonat (4.2) và hoà tan khối chảy trong axit nitric loãng 1 + 50. Phải chuẩn bị dung dịch trắng tương ứng. Kết quả nhận được khi xác định đồng trong bất kỳ cặn nào, được gộp vào kết quả nhận được với đồng trong dung dịch chính để thử.

7.4.2 Xử lý dung dịch

Nếu hàm lượng đồng lớn hơn 0,2 % (hoặc 0,1 % trong trường hợp thiết bị có độ nhạy cao), pha loãng dung dịch thử như sau: chuyển một phần dung dịch thử (x ml, trong đó x không nhỏ hơn 20 ml) vào bình định mức 100 ml. Thêm 0,2 (100 – x) ml dung dịch nền (4.9), pha loãng đến vạch mức bằng nước rồi lắc đều. (Đây là dung dịch thử pha loãng) (xem đoạn cuối của mục này). Nếu hàm lượng đồng nhỏ hơn 0,2 % (hoặc 1% trong trường hợp thiết bị có độ nhạy cao) thì tiến hành đo độ hấp thụ của dung dịch chính mà không cần pha loãng.

Khi sử dụng dung dịch thử pha loãng, chuẩn bị dung dịch thử trắng như sau : chuyển x ml dung dịch thử trắng vào bình định mức 100 ml, thêm 0,2 (100 – x) ml dung dịch nền (4.9), pha loãng đến vạch mức bằng nước rồi lắc đều.

Đối với thiết bị có độ nhạy cao, có thể cần sử dụng phương pháp pha loãng này nếu hàm lượng đồng từ 0,1 % đến 0,2 % khối lượng. Nếu hàm lượng đồng từ 0,5 % đến 1 % khối lượng, với thiết bị có độ nhạy cao, giá trị x không nhỏ hơn 10 ml.

7.4.3 Chuẩn bị dãy dung dịch hiệu chuẩn

Tùy thuộc vào hàm lượng đồng dự đoán trong mẫu, chuẩn bị các dung dịch hiệu chuẩn bằng cách sử dụng dung dịch tiêu chuẩn A (4.10.2) hoặc dung dịch tiêu chuẩn B (4.10.3). Đối với khoảng hàm lượng đồng từ 0,01 % đến 1 %, sử dụng dung dịch tiêu chuẩn A (4.10.2). Đối với khoảng hàm lượng đồng từ 0,003 % đến 0,02 %, sử dụng dung dịch tiêu chuẩn B (4.10.3).

Chuyển 1,0 ml; 3,0 ml; 5,0 ml; 7,0 ml và 10,0 ml dung dịch tiêu chuẩn tương ứng vào dãy bình định mức 100 ml và thêm vào mỗi bình 20,0 ml dung dịch nền (4.9). Pha loãng từng dung dịch bằng nước đến vạch mức và lắc đều. Chuẩn bị dung dịch hiệu chuẩn trắng bằng cách lấy 20,0 ml dung dịch nền vào bình định mức 100 ml. Pha loãng bằng nước đến vạch mức và lắc đều.

Khoảng hàm lượng đồng mà thiết bị đo được có thể thay đổi tùy theo thiết bị. Phải chú ý đến các tiêu chí đặc trưng tối thiểu trong 5.2. Đối với các thiết bị có độ nhạy cao, có thể chuẩn bị dãy dung dịch hiệu chuẩn bằng cách chỉ dùng dung dịch tiêu chuẩn B, nếu cần, lấy với số lượng lớn hơn.

7.4.4 Chỉnh máy quang phổ hấp thụ nguyên tử

Đặt bước sóng (324,7 nm) đối với đồng để nhận được độ hấp thụ cực tiểu và điều chỉnh số đo độ hấp thụ bằng zero. Bật ngọn lửa không khí – axetylen. Sau 10 phút bật đầu đốt, phun nước và điều

chỉnh lại số đọc độ hấp thụ về zero nếu cần. Phun dung dịch hiệu chuẩn có nồng độ đồng cao nhất (7.4.3) và điều chỉnh dòng nhiên liệu và vị trí đèn đốt để thu được độ hấp thụ cực đại. Kiểm tra việc duy trì các điều kiện đối với độ hấp thụ bằng zero và đánh giá tiêu chí trong 5.2.

Lặp lại việc phun nước và dung dịch hiệu chuẩn có nồng độ đồng cao nhất để khẳng định độ hấp thụ được không có sai số thiết bị, đặt số đọc độ hấp thụ của nước bằng zero.

7.4.5 Phép đo hấp thụ nguyên tử

Phun các dung dịch hiệu chuẩn và dung dịch thử hoặc dung dịch thử pha loãng theo thứ tự độ hấp thụ tăng dần, bắt đầu là dung dịch hiệu chuẩn trắng và dung dịch thử trắng hoặc dung dịch thử trắng pha loãng. Khi mỗi dung dịch đã ổn định, ghi lại số đọc. Phun nước vào giữa mỗi lần phun dung dịch hiệu chuẩn và dung dịch thử. Lặp lại phép đo ít nhất hai lần.

Nếu cần, tính chuyển giá trị trung bình số đọc của mỗi dung dịch hiệu chuẩn ra độ hấp thụ. Độ hấp thụ thực của mỗi dung dịch hiệu chuẩn thu được bằng cách trừ đi độ hấp thụ trung bình của dung dịch hiệu chuẩn trắng. Tương tự, độ hấp thụ thực của mỗi dung dịch thử hoặc dung dịch thử pha loãng nhận được bằng cách trừ đi độ hấp thụ của dung dịch thử trắng hoặc dung dịch thử trắng pha loãng.

Chuẩn bị đường chuẩn bằng cách dựng đồ thị từ các giá trị độ hấp thụ thực của dung dịch hiệu chuẩn ứng với nồng độ đồng, tính bằng microgam đồng trên mililit.

Tính chuyển giá trị độ hấp thụ thực của dung dịch thử hoặc dung dịch thử pha loãng ra microgam đồng trên mililit bằng đồ đường chuẩn.

8 Biểu thị kết quả

8.1 Tính hàm lượng đồng

Hàm lượng đồng, w_{Cu} , tính bằng phần trăm theo khối lượng, lấy đến năm số thập phân, theo công thức

$$w_{Cu} = \frac{\rho_{Cu} \times 100}{m_1 \times 10\,000} = \frac{\rho_{Cu}}{m_1 \times 100} \quad (1)$$

trong đó

ρ_{Cu} là nồng độ đồng trong dung dịch thử hoặc dung dịch thử pha loãng, tính bằng microgam trên mililit;

m_1 là khối lượng phần mẫu thử trong 100 ml dung dịch thử hoặc dung dịch thử pha loãng, tính bằng gam. [$m_1 = m_2 \times x / 100$, trong đó m_2 là khối lượng phần mẫu thử, tính bằng gam và x là phần dung dịch lấy theo 7.4.2 tính bằng mililit. Khi không pha loãng thì $x = 100$].

CHÚ THÍCH Kết quả bao gồm cả kết quả nhận được từ xác định đồng trong cặn không tan (7.4.1).

TCVN 1676-2 : 2007

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:

$$R_d = 0,0187X^{0,5024} \quad (2)$$

$$P = 0,0466X^{0,5700} \quad (3)$$

$$\sigma_d = 0,0066X^{0,5024} \quad (4)$$

$$\sigma_L = 0,0156X^{0,5828} \quad (5)$$

trong đó

X là hàm lượng đồng của mẫu thử đã sấy sơ bộ, biểu thị bằng phần trăm theo khối lượng và được tính như sau:

- 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) giữa các phòng thí nghiệm: trung bình số học của kết quả cuối cùng (8.2.3) 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;

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

σ_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 phương trình (2), so sánh 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 μ_c (xem 8.2.5) của phòng thí nghiệm.

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 giữa hai phòng thí nghiệm. Giả thiết rằng hai phòng thí nghiệm tiến hành cùng quy trình đã mô tả trong 8.2.2.

Tính đại lượng sau

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

trong đó

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

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

μ_{12} là giá trị trung bình của các kết quả cuối cùng.

Thay thế 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 chất chuẩn được chứng nhận (CRM) hoặc chất chuẩn (RM) (xem đoạn cuối của 7.2). Tính kết quả phân tích (μ_c) đối với RM/CRM sử dụng các quy trình trong 8.1 và 8.2.1 đến 8.2.3, rồi so sánh với giá trị chuẩn hoặc giá trị chuẩn 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 có ý nghĩa 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 có ý nghĩa về mặt thống kê;

trong đó

μ_c là kết quả phân tích của CRM/RM;

A_c là giá trị chứng nhận chuẩn của CRM/RM;

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

Chất chuẩn được chứng nhận được sử dụng cho mục đích này phải được chuẩn bị và chứng nhận theo ISO Guide 35 *Chứng nhận chất chuẩn – Nguyên tắc chung và nguyên tắc thống kê*.

Đối với mẫu CRM/RM do chương trình thử nghiệm liên phòng chứng nhận.

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

trong đó

$V(A_c)$ là phương sai của giá trị 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 CRM do một phòng thí nghiệm chứng nhận, trừ khi biết được giá trị chứng nhận không có độ chệch.

TCVN 1676-2 : 2007

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 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 đồng oxit

Hàm lượng đồng oxit, biểu thị bằng phần trăm được xác định theo phương trình sau:

$$w_{\text{CuO}} = 1,2518 w_{\text{Cu}}$$

9 Báo cáo thử nghiệm

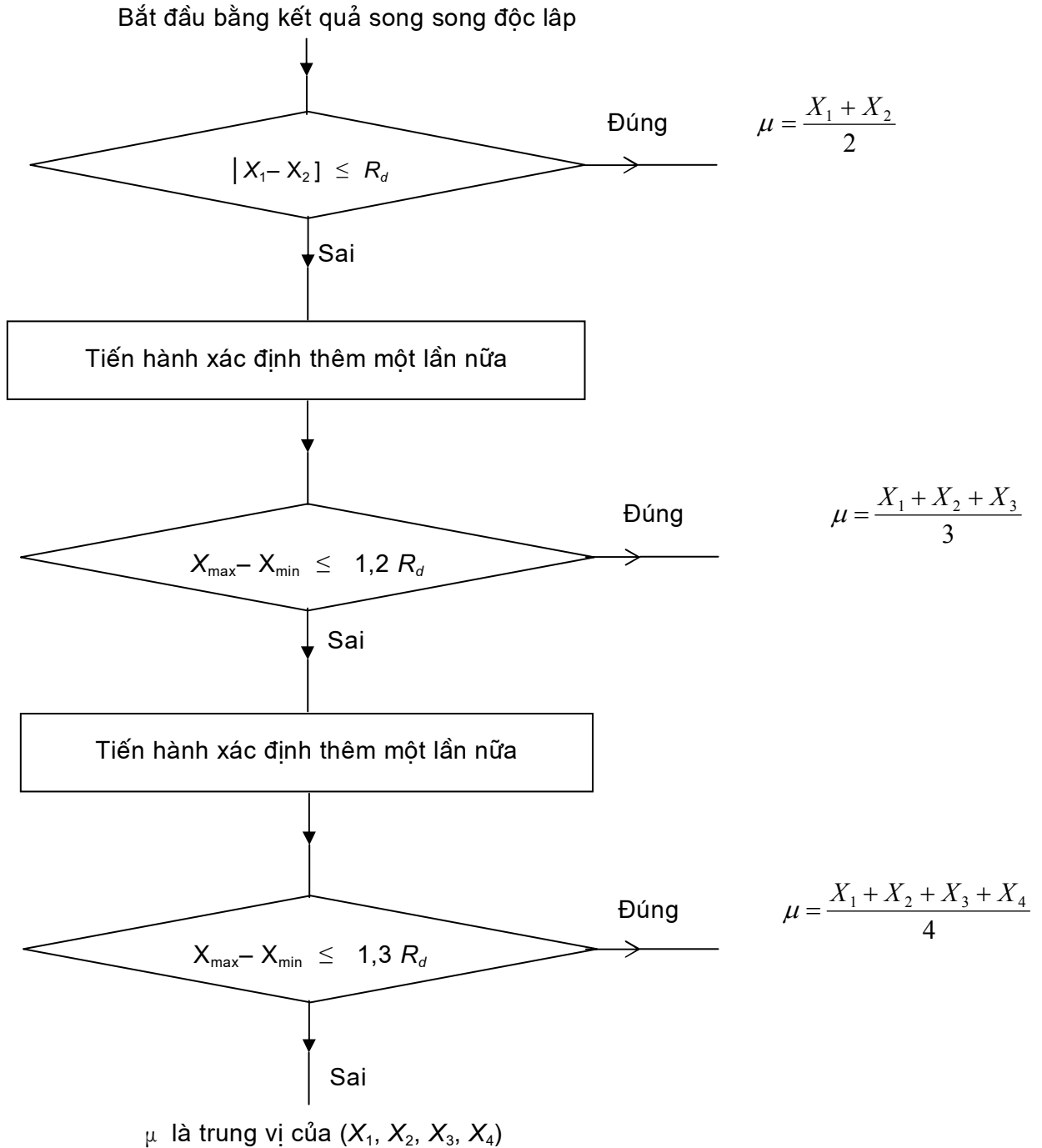
Báo cáo thử nghiệm gồm các thông tin sau:

- tên và địa chỉ phòng thử nghiệm;
- ngày tháng báo cáo kết quả;
- viện dẫn tiêu chuẩn này;
- các chi tiết cần thiết để nhận biết mẫu;
- kết quả phân tích;
- số tham chiếu của phiếu kết quả;
- 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



R_d như xác định tại 8.2.1

Phụ lục B

(tham khảo)

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

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

Các công thức trong 8.2.1 được lấy từ những kết quả của các loạt phân tích quốc tế tiến hành trong năm 1972 và 1973 của năm mẫu quặng sắt do 45 phòng thí nghiệm của chín 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 đồng trong mẫu thử

Mẫu	Hàm lượng đồng, % khối lượng
Tinh quặng (72-1)	0,0011
Quặng Kiruna R (72-2)	0,0113
Xỉ thiêu kết (72-3)	0,072
Tro pyrit Nga (72-4)	0,378
Quặng Forsbo (72-5)	0,781

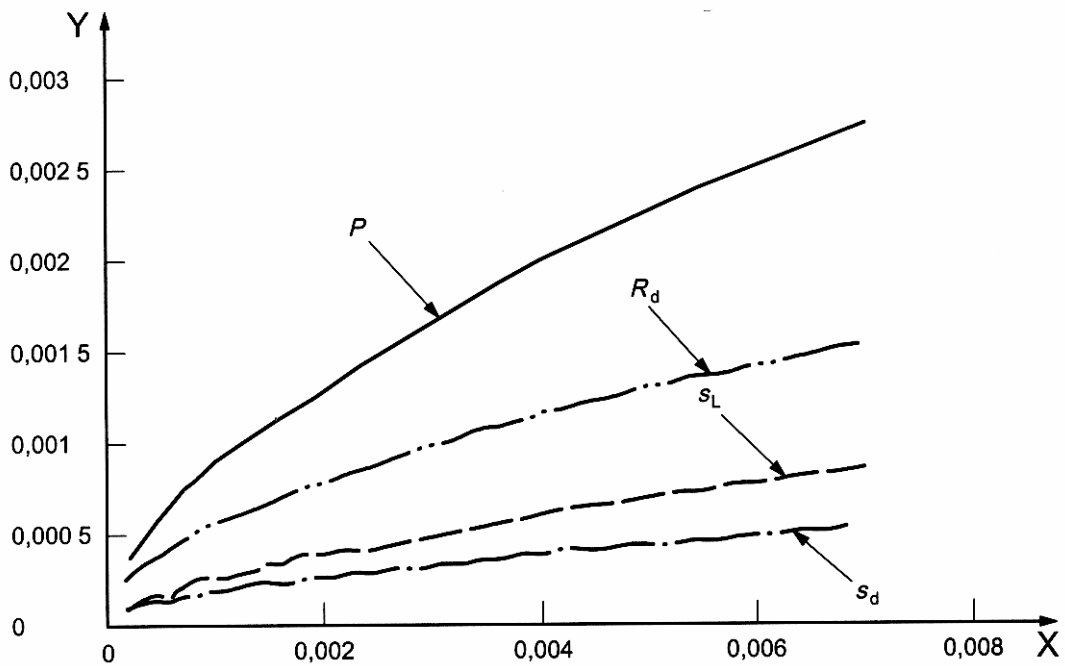
CHÚ THÍCH 1 Báo cáo thử nghiệm quốc tế và phân tích thống kê các kết quả (tài liệu ISO/TC 2 N306E, tháng Năm 1973) được lưu tại Ban thư ký ISO/TC 102/SC2.

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

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



Chú giải

X hàm lượng đồng, %

Y độ chụm, %

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