

TCVN

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

TCVN 6900-2 : 2001

ISO 78-2 : 1999

**HOÁ HỌC – CÁCH TRÌNH BÀY TIÊU CHUẨN
PHẦN 2: CÁC PHƯƠNG PHÁP PHÂN TÍCH HOÁ HỌC**

*Chemistry – Layouts for standards –
Part 2: Methods of chemical analysis*

HÀ NỘI - 2001

Lời nói đầu

TCVN 6900-2 : 2001 hoàn toàn tương đương với ISO 78-2:1999
Chemistry – Layouts for standards – Part 2: Methods of chemical
analysis.

TCVN 6900-2 : 2001 do Ban Kỹ thuật tiêu chuẩn TCVN/TC47
“Hoá học” biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng
xét duyệt, Bộ Khoa học, Công nghệ và Môi trường ban hành.

Lời giới thiệu

Các tiêu chuẩn về phương pháp phân tích hóa học được khuyến cáo biên soạn phù hợp với hướng dẫn chung nêu ở phần 3 của ISO/IEC Directives về công việc kỹ thuật của ISO và áp dụng cách trình bày tiêu chuẩn với những chi tiết cụ thể được nêu ở tiêu chuẩn này.

Cần lưu ý, đây chỉ là hướng dẫn cách trình bày. Hướng dẫn này nên vận dụng phù hợp với từng yêu cầu riêng. Có thể không cần thiết phải có tất cả các phần nhỏ trong một tiêu chuẩn, những phần không yêu cầu có thể bỏ qua.

Để trợ giúp giải quyết những vướng mắc khi soạn thảo và trình bày tiêu chuẩn về phương pháp phân tích hóa học, Ban kỹ thuật ISO/TC 47 đã biên soạn một bộ tiêu chuẩn về cách trình bày tiêu chuẩn, bao gồm:

- cách trình bày tiêu chuẩn một phương pháp phân tích hóa học với các chú ý khi áp dụng (ISO 78-2);
- cách trình bày tiêu chuẩn đối với các phương pháp phân tích bằng dụng cụ với các chú ý khi việc áp dụng (ISO 78-3 và ISO 78-4).

Tiêu chuẩn cho một sản phẩm hóa học phải có hình thức nhất quán. Ngoài việc qui định các đặc tính của sản phẩm, còn phải chỉ rõ cách xác định những đặc tính đó. Một phương pháp tiêu chuẩn về phân tích hóa học (phương pháp thử) có thể được kết hợp trong nội dung tiêu chuẩn cho một sản phẩm hóa học. Các phương pháp thử có thể được trình bày thành các mục riêng, các phụ lục hoặc những phần riêng. Tuy nhiên, một phương pháp thử thường được ban hành thành một tiêu chuẩn riêng để dễ viện dẫn trong các tiêu chuẩn khác. Điều này sẽ rút gọn nội dung của tiêu chuẩn sản phẩm hóa học và nếu có một phương pháp chung về phân tích hóa học áp dụng được cho sản phẩm đó thì tiêu chuẩn sản phẩm chỉ cần trích dẫn nó.

Việc chấp nhận cách trình bày và soạn thảo tiêu chuẩn đảm bảo rằng:

- không bỏ qua bất kỳ một điều quan trọng nào trong quá trình soạn thảo tiêu chuẩn;
- các đề mục khác nhau định đưa vào tiêu chuẩn luôn được sắp xếp theo cùng một trình tự;
- các đề mục cần tìm, dù đó là phần nội dung chính hay phạm vi áp dụng của tiêu chuẩn, đều có thể nhanh chóng tìm ra (điều này đặc biệt quan trọng khi một phần nội dung tiêu chuẩn được chuyển dịch hoặc khi hai nội dung đang được so sánh);
- đơn giản hoá, hợp lý hoá và tiêu chuẩn hoá các phương pháp thử, thuốc thử và các dụng cụ, thiết bị thử sử dụng trong các phòng thí nghiệm;
- từng tiêu chuẩn hoặc tài liệu khác trong lĩnh vực hoá học được soạn thảo càng rõ ràng tốt.

Hóa học – Cách trình bày tiêu chuẩn –

Phần 2: Phương pháp phân tích hóa học

Chemistry – Layouts for standards –

Part 2: Methods of chemical analysis

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này đưa ra các nguyên tắc về cách trình bày và diễn đạt phương pháp phân tích hóa học trong các tiêu chuẩn. Tiêu chuẩn này cũng có thể áp dụng cho các phương pháp thử khác.

2 Tiêu chuẩn trích dẫn

TCVN 6398 (tất cả các phần) (ISO 31) Đại lượng và đơn vị.

ISO 1000 Đơn vị SI và khuyến cáo cách sử dụng các dẫn suất của chúng và một số đơn vị khác.

TCVN 6910 : 2001 (ISO 5725, tất cả các phần) Độ chính xác (độ đúng và độ chụm) của phương pháp đo và của kết quả đo.

3 Thuật ngữ và định nghĩa

Các định nghĩa sau đây được áp dụng cho tiêu chuẩn này:

3.1 Mẫu phòng thí nghiệm (Laboratory sample)

Mẫu được chuẩn bị để gửi tới phòng thí nghiệm cho mục đích kiểm tra hoặc thử nghiệm.

[Theo ISO 6206]

3.2 Mẫu thử (Test sample)

Mẫu được chuẩn bị từ mẫu phòng thí nghiệm và từ đó các phần mẫu thử được lấy ra.

[Theo ISO 6206]

TCVN 6900-2 : 2001

3.3 Phần mẫu thử (Test portion)

Lượng vật chất được lấy ra từ mẫu thử (hoặc từ mẫu phòng thí nghiệm nếu cả hai giống hệt nhau). Phép thử hoặc quan sát đánh giá được tiến hành trên chính phần mẫu này.

[Theo ISO 6206]

3.4 Dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn (Standard volumetric solution)

Dung dịch đã biết nồng độ chính xác để sử dụng cho phân tích chuẩn độ.

3.5 Dung dịch so sánh tiêu chuẩn (Standard reference solution)

Dung dịch sử dụng làm dung dịch so sánh để hiệu chuẩn các dung dịch khác.

Chú thích 1 – Dung dịch có thể được chuẩn bị từ chuẩn đầu hoặc được hiệu chuẩn bằng các cách khác:

Chú thích 2 – Trên thị trường có sẵn nhiều dung dịch so sánh tiêu chuẩn có thể dùng để chuẩn bị dung dịch tiêu chuẩn.

3.6 Dung dịch tiêu chuẩn (Standard solution)

Dung dịch đã biết nồng độ chính xác của một nguyên tố, một ion, một hợp chất hay một nhóm hợp chất được lấy ra để pha chế.

3.7 Dung dịch đối chứng tiêu chuẩn (Standard matching solution)

Dung dịch có đặc tính thích hợp đã biết hoặc đã xác định trước (ví dụ độ màu, độ đục) và được sử dụng để đánh giá chính những đặc tính đó của dung dịch thử.

Chú thích 1 – Dung dịch đối chứng tiêu chuẩn là thuật ngữ chung, còn thông thường mỗi dung dịch được xác định chính xác hơn bằng những tính từ thích hợp (ví dụ: dung dịch so màu tiêu chuẩn, dung dịch đo độ đục tiêu chuẩn);

Chú thích 2 – Có thể chuẩn bị dung dịch này từ các dung dịch đã nêu trên hoặc từ các dung dịch khác có những tính chất xác định;

Chú thích 3 – Thông thường, phương pháp chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn được đưa ra ở đề mục "Hiệu chuẩn" (xem phụ lục A.13.7).

3.8 Độ chụm (Precision)

Mức độ gần nhau giữa các kết quả thử nghiệm độc lập nhận được trong điều kiện quy định.

[Theo TCVN 6910-1 : 2001 (ISO 5725-1)]

3.9 Độ chính xác (Accuracy)

Mức độ gần nhau giữa kết quả thử nghiệm và giá trị qui chiếu được chấp nhận.

Chú thích – Khi dùng cho một tập hợp các kết quả thử nghiệm, độ chính xác bao gồm tổ hợp các thành phần ngẫu nhiên và sai số hệ thống hoặc thành phần độ chệch chung.

[Theo TCVN 6910-1 : 2001 (ISO 5725-1)]

3.10 Độ lặp lại (Repeatability)

Độ chụm trong các điều kiện lặp lại.

[Theo TCVN 6910-1 : 2001 (ISO 5725-1)]

3.11 Điều kiện lặp lại (Repeatability condition)

Điều kiện mà tại đó các kết quả thử nghiệm độc lập nhận được với cùng một phương pháp, trên những mẫu thử giống hệt nhau, trong cùng một phòng thí nghiệm, do cùng người thao tác, sử dụng cùng một thiết bị, trong một khoảng thời gian ngắn.

[Theo TCVN 6910-1 : 2001 (ISO 5725-1)]

3.12 Giới hạn lặp lại (Repeatability limit)

Giá trị mà độ lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử nghiệm nhận được trong điều kiện lặp lại nhỏ hơn hoặc bằng giá trị đó với xác suất bằng 95%.

Chú thích – Ký hiệu được sử dụng là r .

[Theo TCVN 6910-1 : 2001 (ISO 5725-1)]

3.13 Độ tái lập (Reproducibility)

Độ chụm trong điều kiện tái lập.

[Theo TCVN 6910-1 : 2001 (ISO 5725-1)]

3.14 Điều kiện tái lập (Reproducibility condition)

Điều kiện trong đó các kết quả thử nghiệm nhận được bởi cùng một phương pháp, trên các mẫu thử giống hệt nhau, trong các phòng thí nghiệm khác nhau, do những người thao tác khác nhau, sử dụng các thiết bị khác nhau.

[Theo TCVN 6910-1 : 2001 (ISO 5725-1)]

3.15 Giới hạn tái lập (Reproducibility limit)

Giá trị mà độ lệch tuyệt đối của hai kết quả thử nghiệm nhận được trong điều kiện tái lập nhỏ hơn hoặc bằng giá trị đó với xác suất bằng 95%.

Chú thích 1 – Ký hiệu được sử dụng là R .

[Theo TCVN 6910-1 : 2001 (ISO 5725-1)]

4 Các đại lượng, đơn vị và ký hiệu

4.1 Qui định chung

Các đại lượng, đơn vị, các ký hiệu toán học và ký hiệu đại lượng áp dụng theo TCVN 6398 Tất cả các phần (ISO 31) và ISO 1000.

Sử dụng các ký hiệu đơn vị đo trong trường hợp đứng trước chúng là các giá trị biểu thị bằng con số. Trong những trường hợp khác, nên viết những đơn vị này một cách đầy đủ, trừ khi sử dụng chúng trong các bản vẽ, đồ thị hay trên phần tiêu đề cột của các bảng.

Chú thích – Ở một số nước dùng ký hiệu ‰ (phần nghìn) thay cho 0,001. Tốt hơn là không nên dùng ký hiệu này.

Về nguyên tắc các con số chỉ phần trăm hay phần nghìn không nêu đó là tỷ lệ về khối lượng hay tỷ lệ về thể tích. Do đó, không nên viết kèm các thông tin như % (m/m) hay % (V/V) vào ký hiệu đơn vị đo. Cách tốt nhất để biểu thị phần khối lượng hay thể tích là: "phần khối lượng (hay thể tích) là 0,75" hoặc: "phần khối lượng (hay thể tích) là 75%". Các phần khối lượng hay thể tích cũng có thể được biểu thị ở dạng $5 \mu\text{g/g}$ hay $4,2 \text{ ml/m}^3$ tương ứng. Không được sử dụng cách viết tắt như ppm, pphm, ppb.

4.2 Lựa chọn phương pháp thử

Trong các tiêu chuẩn, nên áp dụng tối đa các phương pháp thử giống nhau cho một chỉ tiêu xác định của các sản phẩm hóa học liên quan và nên diễn đạt chúng càng dễ hiểu càng tốt. Điều này không nhất thiết phải áp dụng cho một ngành công nghiệp nhất định nếu nguyên tắc này có thể trái với phương pháp thực hành đã được thiết lập và chứng minh, nhưng vẫn mong muốn duy trì.

4.3 Danh pháp hóa học

Nên sử dụng các khuyến nghị của Hiệp hội Quốc tế về Hoá chất tinh khiết và hoá học ứng dụng (IUPAC) về danh pháp của các hoá chất có độ tinh khiết cao và cách đọc, viết đúng tên chúng, ví dụ: Danh pháp IUPAC cho các hợp chất hữu cơ. Nếu có các số đăng ký hóa chất trích yếu (số CAS) thì nên sử dụng những số này (xem phụ lục A.10). Nếu có tên thường dùng của thuốc thử thì nên đặt tên đó trong ngoặc đơn sau tên của IUPAC trong lần nêu đầu tiên. Trong phần còn lại của văn bản, cả hai tên theo IUPAC và tên thường dùng đều có thể sử dụng, nhưng phải sử dụng nhất quán cùng một tên trong toàn bộ phần tiếp theo.

Đối với tên thương mại, tên riêng, càng tránh dùng càng tốt, ngay cả khi chúng đã được dùng phổ biến.

Đối với các hóa chất thương mại (hóa chất cơ bản cho công nghiệp) cần phải đưa tên thường dùng ngay trong tiêu đề của tiêu chuẩn và trong điều "Phạm vi áp dụng" của tiêu chuẩn. Tên tương ứng theo IUPAC cho hoá chất tinh khiết phải để trong ngoặc đơn sau tên thường dùng, từ đó về sau chỉ sử dụng tên thường dùng.

Việc sử dụng ký hiệu cho sản phẩm hóa học phải được giới hạn đối với các công thức hóa học và các ký hiệu chỉ lượng, ví dụ: $c(\text{H}_2\text{SO}_4)$. Trong suốt văn bản phải sử dụng tên đầy đủ.

4.4 Giá trị số và dung sai

Mỗi khi biểu thị một đại lượng, ví dụ: nhiệt độ hay khoảng thời gian, cần qui định dung sai cho giá trị đó.

5 Tên và thứ tự điều

Tên các điều (hoặc các thành phần khác) trong các phương pháp phân tích hóa học và thứ tự của điều được qui định như sau:

Trong những trường hợp cụ thể có thể bỏ qua điều hoặc các điều nhỏ không cần thiết, còn các điều khác, nếu có yêu cầu, có thể bổ xung vào những chỗ thích hợp. Các điều và các điều nhỏ phải được đánh số thứ tự bằng chữ số Ả rập từ đầu cho đến cuối văn bản. Phải phân biệt rõ ràng giữa các phần qui định và các phần tham khảo của tiêu chuẩn như ở các phụ lục.

Các chi tiết cụ thể xem phụ lục A.

Xem dẫn giải ở

Lời nói đầu	A.1
Lời giới thiệu	A.2
Tên tiêu chuẩn	A.3
Cảnh báo	A.4
Phạm vi áp dụng	A.5
Tiêu chuẩn trích dẫn	A.6
Định nghĩa	A.7
Nguyên tắc	A.8
Các phản ứng	A.9
Thuốc thử và vật liệu thử	A.10
Thiết bị, dụng cụ	A.11
Lấy mẫu	A.12
Cách tiến hành	A.13
Tính kết quả	A.14
Độ chính xác	A.15
Đảm bảo chất lượng và kiểm soát chất lượng	A.16
Các trường hợp đặc biệt	A.17
Báo cáo thử nghiệm	A.18
Phụ lục	A.19
Tài liệu tham khảo	A.20

Phụ lục A

(Qui định)

Những chú ý khi trình bày một tiêu chuẩn về phương pháp phân tích hóa học

A.1 Lời nói đầu

Cần ghi rõ mọi sự thay đổi chính của tiêu chuẩn so với lần xuất bản trước và nếu trong tiêu chuẩn có nhiều phần nhỏ thì tên tiêu đề của từng phần cũng cần đưa thêm vào phần này.

A.2 Lời giới thiệu

Lời giới thiệu là phần không bắt buộc, được sử dụng khi cần trình bày những thông tin bổ sung như các ý kiến liên quan tới nội dung kỹ thuật của tiêu chuẩn hoặc lý do soạn thảo tiêu chuẩn.

Nếu cần có những thông tin cơ bản về phương pháp thì tốt nhất là đưa thông tin đó vào điều này.

A.3 Tên tiêu chuẩn

Tên của tiêu chuẩn phải thể hiện sản phẩm là đối tượng của phương pháp thử một cách rõ ràng, xúc tích, cũng như các thành phần hoặc các tính chất được xác định và bản chất của phép xác định. Tên tiêu chuẩn có thể có tối đa ba phần.

Ví dụ 1 Olefin nhẹ dùng trong công nghiệp - Xác định vết clorua - Phương pháp đốt Wickbold;

Ví dụ 2 Sản phẩm hóa dạng lỏng dùng trong công nghiệp - Xác định khối lượng riêng tại 20 °C.

A.4 Cảnh báo

Nếu sản phẩm đang được phân tích hoặc thuốc thử hoặc cách tiến hành gây nguy hiểm tới sức khỏe hay môi trường, cần phải chú ý tới những nguy hiểm và phải mô tả cách phòng tránh chúng. Những thông tin này được in bằng chữ đậm và được đặt ở các vị trí:

- ngay sau tên của tiêu chuẩn, nếu sự nguy hiểm là bản chất chung hoặc do sản phẩm được đem phân tích gây nên;
- sau tên thuốc thử hoặc nguyên liệu, nếu sự nguy hiểm là do một thuốc thử hay một nguyên liệu cụ thể gây nên;
- ở phần đầu của điều "Cách tiến hành" nếu sự nguy hiểm gắn liền với cách tiến hành (xem phụ lục A.13.1).

Ví dụ:

Cảnh báo – Những người sử dụng tiêu chuẩn này phải thông thạo các thao tác thí nghiệm thông thường. Tiêu chuẩn này không đề cập đến các vấn đề về an toàn, nếu có, chỉ tập trung vào cách sử dụng. Người áp dụng tiêu chuẩn có trách nhiệm thiết lập các thao tác thích hợp, an toàn, có lợi cho sức khỏe và đảm bảo phù hợp với quy định luật pháp hiện hành.

A.5 Phạm vi áp dụng

Điều này của tiêu chuẩn quy định một cách ngắn gọn phương pháp phân tích hóa học và đặc biệt những sản phẩm là đối tượng áp dụng. Nếu có thể, điều này sẽ quy định giới hạn cho phép và/hoặc giới hạn mà vượt qua nó, phương pháp sẽ không còn đảm bảo nữa.

Điều này đưa ra những thông tin bổ sung hữu ích mà không thể đưa ra ở tên của tiêu chuẩn.

Điều này cũng chứa đầy đủ những thông tin cần thiết để người sử dụng đánh giá nhanh được khả năng áp dụng của tiêu chuẩn cho sản phẩm đang xem xét, hoặc những hạn chế còn tồn tại. Những hạn chế này cần phải tính đến cả sự tồn tại các thành phần khác của sản phẩm, hoặc của chính sản phẩm và nội dung những giới hạn này.

Điều này còn có các thông tin về sự cản trở có thể có khi sử dụng phương pháp, khi những số liệu này có sẵn thì phải đưa vào điều này. Nếu cần thiết có sự thay đổi so với phương pháp cơ bản, ví dụ phải loại trừ những yếu tố cản trở nào đó, tốt nhất những thay đổi này sẽ được xử lý như các trường hợp đặc biệt. Những trường hợp đặc biệt này được đưa vào điều "Phạm vi áp dụng", còn các thay đổi tương ứng sẽ được mô tả trong điều "Các trường hợp đặc biệt" (xem phụ lục A.17).

Đôi khi cần có một vài phương pháp xác định cho một đối tượng cụ thể, ví dụ phụ thuộc vào thành phần cấu tạo của sản phẩm hay hàm lượng khác nhau của đối tượng đó hoặc vào độ chính xác yêu cầu, mỗi phương pháp có một phạm vi áp dụng riêng. Nếu tiêu chuẩn bao gồm một vài phương pháp, phải nêu rõ sự khác biệt giữa các phạm vi áp dụng riêng của từng phương pháp.

Điều "Phạm vi áp dụng" tốt nhất được viết sao cho phù hợp để sử dụng như một bản tóm tắt các chỉ dẫn hay cung cấp thông tin.

A.6 Tiêu chuẩn trích dẫn

Điều này đưa ra một danh mục các tài liệu cần thiết khi áp dụng tiêu chuẩn này.

Các tài liệu chỉ sử dụng tham khảo để biên soạn tiêu chuẩn được đưa vào phần "Tài liệu tham khảo" ở cuối tiêu chuẩn.

TCVN 6900-2 : 2001

A.7 Các định nghĩa

Điều này đưa ra các định nghĩa của các thuật ngữ được sử dụng trong tiêu chuẩn để có thể hiểu chúng trọn vẹn. Nên tham khảo và sử dụng tối đa các định nghĩa và các thuật ngữ đã có trong các tiêu chuẩn khác.

A.8 Nguyên tắc

Điều không bắt buộc này chỉ ra những bước chủ yếu của phương pháp, các nguyên tắc cơ bản và những tính chất được sử dụng, và nếu cần, cả những lý do chọn phương pháp đó.

A.9 Phản ứng

Điều này đưa ra những phản ứng chủ yếu nếu chúng được xem là cần thiết để hiểu rõ hơn nội dung hay cách tính toán. Những phản ứng này, nếu cần, được viết dưới dạng ion.

Những phản ứng này chỉ để hướng dẫn và không nhằm giải quyết các vấn đề tranh chấp. Chúng làm rõ việc tính toán kết quả từ những số liệu thu được trong các phép xác định và làm hiểu rõ hơn phương pháp, đặc biệt nếu có một số thay đổi liên tiếp xuất hiện trong quá trình oxy hóa đối với nguyên tố cần xác định.

Khi có các phép chuẩn độ, chúng sẽ đặc biệt có ích khi chỉ rõ số đương lượng trong mỗi phân tử của chất phản ứng.

A.10 Thuốc thử và vật liệu thử

A.10.1 Qui định chung

Tùy từng trường hợp tên điều này có thể là "Thuốc thử" hay "Vật liệu" hoặc "thuốc thử và vật liệu". Điều này có thể được bắt đầu bằng các câu sau (hoặc có thể thay đổi chúng một cách thích hợp):

"Trong khi phân tích, trừ khi có những qui định khác, chỉ sử dụng các thuốc thử có độ tinh khiết được thừa nhận và nước cất hoặc nước đã loại khoáng hoặc nước có độ tinh khiết tương đương".

Khi cần, phải quy định độ tinh khiết của nước theo TCVN 4851 : 1989 (ISO 3696), sử dụng câu sau:

"Chỉ sử dụng các thuốc thử có độ tinh khiết được thừa nhận, trừ trường hợp có qui định khác.

5.1 Nước, phải thỏa mãn độ tinh khiết χ theo TCVN 4851 : 1989 (ISO 3696)".

Điều này đưa ra danh mục toàn bộ các thuốc thử và các vật liệu dùng trong phép thử cùng với những tính chất cơ bản của chúng (nồng độ, khối lượng riêng v.v...) và nếu cần, cả độ tinh khiết của chúng. Nếu có số đăng ký hoặc trích yếu [số CAS] cũng cần được chỉ ra. Không đưa vào danh mục này các sản phẩm chỉ sử dụng để chuẩn bị các thuốc thử, trừ khi sản phẩm đó được sử dụng vài lần.

Các thuốc thử và vật liệu phải được phân định bằng số tham chiếu (theo tuần tự). Các số này được cho vào ngoặc đơn trong điều "Cách tiến hành" ngay sau tên của thuốc thử hoặc vật liệu, bằng cách đó sẽ tránh được việc lặp lại các tính chất của thuốc thử hoặc vật liệu và nội dung tiêu chuẩn sẽ ngắn gọn. Tuy vậy, cũng không cần phải nhắc lại số đó nếu không có điều gì không rõ ràng.

Khi cần thiết, phải chú ý các quy định về bảo quản và thời gian bảo quản thuốc thử.

Nếu một dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn hoặc một dung dịch tiêu chuẩn khác cần để cập đến, phải mô tả phép hiệu chuẩn chúng trong điều này. Trong những trường hợp khác, không cần thiết việc mô tả này, nhưng nếu các phương pháp chung để chuẩn bị hoặc kiểm tra thuốc thử được dùng là đối tượng của tiêu chuẩn thì chúng phải được viện dẫn sau đó.

Nếu phải kiểm tra sự không tồn tại của thành phần cản trở trong thuốc thử thì các chi tiết về phép thử được dùng cho mục đích này cũng phải được đưa vào tiêu chuẩn.

Nên xây dựng điều "Thuốc thử và vật liệu" theo trình tự sau:

- sản phẩm (không kể các dung dịch) được sử dụng ở dạng thương phẩm;
- dung dịch hay chất nhũ tương (không kể dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn và các dung dịch tiêu chuẩn) với nồng độ gần đúng của chúng;
- các dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn và các dung dịch tiêu chuẩn;
- các chất chỉ thị;
- các vật liệu hỗ trợ (các chất làm khô vv...).

A.10.2 Sản phẩm sử dụng ở dạng thương phẩm

Trong danh mục các thuốc thử hay vật liệu, các sản phẩm được sử dụng ở dạng thương phẩm phải được mô tả rõ ràng, phải đưa ra các đặc điểm cần thiết để nhận dạng chúng (ví dụ: tên hóa học, công thức hóa học, nồng độ, số CAS), đặc biệt đối với các chất rắn, cần chỉ rõ sự có mặt của nước ở dạng tinh thể.

A.10.3 Dung dịch nước

Trong danh mục thuốc thử và vật liệu, nếu dung dịch mà dung môi không được quy định cụ thể, thì qui ước dung môi là nước. Sử dụng thuật ngữ "nước" trong danh mục là thừa.

A.10.4 Dung dịch có nồng độ xác định

A.10.4.1 Qui định chung

E: là các thuật ngữ bằng tiếng Anh

F: là các thuật ngữ bằng tiếng Pháp

(Định nghĩa các thuật ngữ xem điều 3).

TCVN 6900-2 : 2001

A.10.4.1.1 Dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn

E: Standard volumetric solution

F: Solution titrée

Nồng độ của các dung dịch này được biểu thị bằng số mol trong một lít (mol/l) hay số mol trong một mét khối (mol/m³).

Ga trị số của nồng độ được biểu thị bằng các chữ số (ví dụ: 1 mol/l; 2 mol/m³) hoặc bằng số thập phân (ví dụ: 0,1 mol/l; 0,06 mol/m³). Ký hiệu được sử dụng là c, [Ví dụ, c(CuSO₄) = 0,1 mol/l].

A.10.4.1.2 Dung dịch so sánh tiêu chuẩn

E: Standard reference solution

F: Solution étalon de référence

Nồng độ của những dung dịch này được biểu thị cùng một cách như dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn (xem A.10.4.1.1).

A.10.4.1.3 Dung dịch tiêu chuẩn

E: Standard solution

F: Solution étalon

Nồng độ của những dung dịch này được biểu thị bằng gam trên lít hay các bội số của chúng.

A.10.4.1.4 Dung dịch đối chứng tiêu chuẩn

E: Standard matching solution

F: Solution témoin

Nồng độ của các dung dịch này được biểu thị bằng các cách đã nêu ra ở các điều A.10.4.1.1, A.10.4.1.2 hoặc A.10.4.1.3.

A.10.4.2 Các dung dịch khác

A.10.4.2.1 Nếu nồng độ dung dịch được đưa ra theo tỷ lệ khối lượng hay tỷ lệ thể tích nó sẽ được biểu thị bằng miligam trên kilogam (mg/kg), gam trên gam (g/g), mililit trên lít (ml/l) hoặc các bội số của chúng.

A.10.4.2.2 Nếu nồng độ được đưa ra là nồng độ khối lượng, nó sẽ được biểu thị bằng gam trên lít (g/l) hay các bội số của chúng.

A.10.4.2.3 Nếu một dung dịch được chuẩn bị bằng cách pha loãng từ dung dịch xác định khác, phải tuân theo các qui ước sau:

- chỉ dẫn "pha loãng V₁ → V₂" nghĩa là thể tích V₁ của dung dịch xác định được pha loãng tới thể tích tổng V₂ của hỗn hợp cuối cùng;

- biểu thị " $V_1 + V_2$ " có nghĩa là thể tích V_1 của dung dịch yêu cầu đã được thêm vào thể tích V_2 của dung môi;

Các cách biểu thị như " $V_1 : V_2$ " hoặc " V_1/V_2 " với các ý nghĩa khác nhau không được phép sử dụng.

Cũng như vậy, các cách thể hiện dung dịch khác với qui ước trên (ví dụ: "hydroperoxy, 12 thể tích") không được sử dụng.

A.11 Thiết bị

Điều này sẽ liệt kê toàn bộ tên và các đặc tính của các máy, thiết bị sử dụng trong quá trình phân tích hoặc các phép thử khác với những thiết bị thường dùng trong phòng thí nghiệm.

Mỗi thiết bị được nhận dạng bằng các số tham chiếu (theo tuần tự). Bằng cách đưa các số này vào ngoặc đơn trong điều "Cách tiến hành" sau tên của mỗi thiết bị sẽ tránh được sự lặp lại các tính chất của thiết bị và văn bản sẽ ngắn gọn. Cũng không cần thiết phải nhắc lại số tham chiếu đó nhiều lần, nếu không có điều gì không rõ ràng.

Có thể viện dẫn các tiêu chuẩn liên quan tới các dụng cụ thí nghiệm thủy tinh và các thiết bị liên quan khác, hoặc các tiêu chuẩn quốc gia tương ứng, hay các tài liệu đã được chấp nhận.

Ví dụ: "4.1 pipet một vạch, dung tích 50 ml, TCVN 1606 – 88 (ISO 648), loại A."

Nên minh họa các loại thiết bị đặc biệt và chỉ ra sơ đồ cách lắp chúng.

Các thao tác kiểm tra chức năng của thiết bị lắp ráp đều được mô tả trong điều "Cách tiến hành" ở điều nhỏ có tên là "Phép thử sơ bộ" hay "Phép thử kiểm tra" (xem A13.4).

Tất cả các yêu cầu đặc biệt đối với thiết bị rất quan trọng cho phép thử, đặc biệt nếu chúng có vai trò quan trọng trong cách tiến hành hoặc khi chúng tạo nên yếu tố an toàn, chính xác hoặc tính trung thực của phương pháp, đều được đưa vào điều "Thiết bị".

A.12 Lấy mẫu

A.12.1 Qui định chung

E: là các thuật ngữ bằng tiếng Anh

F: là các thuật ngữ bằng tiếng Pháp

(Định nghĩa các thuật ngữ xem điều 3).

A.12.1.1 Mẫu phòng thí nghiệm

E: Laboratory sample

F: Échantillon pour laboratoire

A.12.1.2 Mẫu thử

E: Test sample

F: Échantillon pour essai

A.12.1.3 Phần mẫu thử

E: Test portion

F: Prise d'essai

A.12.2 Tiến hành lấy mẫu

Về nguyên tắc, việc lấy mẫu để chuẩn bị mẫu phòng thí nghiệm là độc lập với việc phân tích hóa học và vì vậy chỉ cần tham khảo tiêu chuẩn liên quan đến vấn đề này là đủ hoặc tham khảo ở điều tương ứng trong tiêu chuẩn sản phẩm. Nếu không có tiêu chuẩn liên quan hiện hành, điều lấy mẫu có thể gồm kế hoạch lấy mẫu và cách tiến hành lấy mẫu. Các hướng dẫn này là để tránh sự thay đổi tính chất của sản phẩm và tính đến các tiêu chuẩn liên quan tới việc áp dụng các phương pháp thống kê.

Nếu cần thiết, điều này cũng cung cấp các thông tin có ích cho việc chuẩn bị mẫu, khối lượng hay thể tích của mẫu phòng thí nghiệm, các tính chất hoặc vật liệu của dụng cụ bảo quản mẫu (ví dụ: loại, dung tích, độ kín) và các điều kiện bảo quản chúng.

A.12.3 Chuẩn bị mẫu thử

Điều này cung cấp tất cả thông tin cần thiết để chuẩn bị mẫu thử mà từ đó lấy ra phần mẫu thử. Mẫu này được chuẩn bị từ mẫu phòng thí nghiệm theo A.12.2.

Trong từng trường hợp, phải nêu ra tất cả các bước chuẩn bị (ví dụ: nghiền, sấy) cùng các thông tin thích hợp với những tính chất yêu cầu của mẫu đang chuẩn bị (ví dụ: phân bố cỡ hạt, khối lượng hoặc thể tích gần đúng) và nếu cần thiết, các thông tin chi tiết của các dụng cụ bảo quản mẫu (ví dụ: loại, dung tích, độ kín và vật liệu) và các điều kiện bảo quản.

A.13 Cách tiến hành

A.13.1 Qui định chung

Điều này có thể chia ra thành nhiều điều nhỏ theo số các thao tác hoặc tuân tự các thao tác phải thực hiện.

Mỗi thao tác phải được mô tả rõ ràng, ngắn gọn, sử dụng mệnh lệnh thức.

Nếu có nhiều bước cần thực hiện trong cách tiến hành, nên chia tiếp thành các điều nhỏ; sử dụng cách đánh số hệ thống bằng dấu chấm, mỗi thành phần ứng với một thao tác, bao gồm toàn bộ các thao tác từ chuẩn bị sơ bộ cho đến những khâu cần thiết nhất.

Nếu phương pháp mô tả đã có trong tiêu chuẩn khác, các mệnh đề sau được sử dụng: "sử dụng phương pháp được quy định trong TCVN XXXX" hay "sử dụng một trong những phương pháp được quy định trong TCVN XXXX", và cần chỉ rõ mọi thay đổi của phép thử.

Nếu có bất kỳ sự nguy hiểm nào trong khi tiến hành (ví dụ: nổ, cháy, độc), cần phải có những biện pháp phòng tránh đặc biệt, phải đưa lời cảnh báo viết bằng chữ đậm vào ngay phần đầu của điều này.

Nếu cần thiết, các lời khuyên chi tiết hơn đối với cách tiến hành an toàn và biện pháp cấp cứu có thể đưa vào phần phụ lục.

Điều "Cách tiến hành" thường gồm có các điều nhỏ sau¹⁾

A.13.2 Phần mẫu thử

Điều này cung cấp mọi thông tin cần thiết để chuẩn bị phần mẫu thử từ mẫu thử (hoặc từ mẫu phòng thí nghiệm, nếu cả hai như nhau) được chuẩn bị theo điều A.12.3. Nếu cần, điều này đưa ra phương pháp đo hoặc cân phần mẫu thử (ví dụ: sử dụng pipet khối lượng). Điều này chỉ ra khối lượng hoặc thể tích của phần mẫu thử, độ chính xác được đo và nếu cần và cả các tính chất khác có liên quan.

Điều này cũng chỉ ra khi nào cần nhiều hơn một phần mẫu thử (ví dụ: trường hợp kết quả được lấy giá trị trung bình của hai hoặc nhiều phép xác định).

A.13.2.1 Phần mẫu thử được xác định theo khối lượng

Nếu phần mẫu thử được xác định theo khối lượng, nó sẽ được mô tả trong phương pháp thử thông thường theo một trong những cách sau:

A.13.2.1.1 Lượng đúng

Khi cân lấy mẫu thử có khối lượng xác định, được cân với độ chính xác qui định, lượng mẫu thử đó được biểu thị như sau:

Ví dụ 1: " $m = 5 \text{ g} \pm 1 \text{ mg}$ ".

Ví dụ 2: " $m = (5 \pm 0,001) \text{ g}$ ".

Ví dụ 3: "Cân 5 g mẫu thử, chính xác đến 1 mg".

¹⁾ Cũng có trường hợp, điều này có thể bao gồm cả các điều qui định, ví dụ, các phép thử bổ xung, như xác định độ ẩm, sử dụng vật liệu so sánh v.v...

TCVN 6900-2 : 2001

A.13.2.1.2 Lượng gần đúng

Khi mẫu thử được yêu cầu lấy với lượng gần đúng, được cân với độ chính xác qui định, lượng mẫu thử đó được biểu thị như sau:

Ví dụ 1: "Cân khoảng 2 gam mẫu thử, chính xác đến 1 mg."

Cách diễn đạt "Cân khoảng 1,2 g mẫu thử" có nghĩa là khối lượng được lấy trong khoảng 10% khối lượng quy định của phần mẫu thử. Nếu yêu cầu dung sai nhỏ hơn, câu này sẽ được thể hiện như sau:

Ví dụ 2: "Cân 1,9 đến 2,1 g mẫu thử, chính xác tới 1 mg."

A.13.2.2 Phần mẫu thử được xác định theo thể tích

Nếu phần mẫu thử được xác định theo một thể tích đã cho, sử dụng các cách (A.13.2.2.1 và A.13.2.2.2) để biểu thị độ chính xác khi đo phần mẫu thử này.

A.13.2.2.1 Nếu có yêu cầu sử dụng thiết bị có độ chính xác đã biết, khuyến nghị nêu cả số tham chiếu của thiết bị mô tả lượng mẫu thử được đo.

Ví dụ: "Sử dụng pipet (4.2) hút ra 10 ml dung dịch thử."

A.13.2.2.2 Nếu không quy định thiết bị đo, độ chính xác của phép đo phải được chỉ ra trong nội dung phần tiến hành.

Ví dụ: "Lấy 10 ml \pm 0,05 ml dung dịch thử."

A.13.2.3 Phần mẫu thử là kết quả của một phép xác định khác

Cuối cùng, nếu phần mẫu thử là sản phẩm của một phép xác định khác (ví dụ: lọc, kết tủa hoặc cạn lãng), nguồn gốc của nó phải được xác định rõ bằng cách viết chúng bằng các chữ in hoa.

Ví dụ: "Dung dịch A/ phần lọc C nhận được từ phép xác định canxi sulfat."

A.13.3 Phép thử mẫu trắng

Điều này qui định các điều kiện để tiến hành thử mẫu trắng, khi phép thử này cần thiết để kiểm tra độ tinh khiết của thuốc thử hoặc độ sạch của môi trường phòng thí nghiệm và của các thiết bị.

Phép thử mẫu trắng được tiến hành song song với phép xác định, bằng cùng một cách tiến hành, sử dụng cùng một lượng thuốc thử như trong phép xác định (trừ trường hợp chuẩn độ, khi thể tích các dung dịch tiêu chuẩn sẽ khác nhau một cách rõ ràng) nhưng không có phần mẫu thử.

Trong một số trường hợp, do không có mặt phần mẫu thử trong phép thử mẫu trắng sẽ làm cho điều kiện phép thử mẫu trắng khác với điều kiện của phép xác định và làm cản trở việc áp dụng phương pháp. Trong những trường hợp đó, điều này sẽ phải nêu ra những thay đổi về cách tiến hành trong

phép thử mẫu trắng để thích ứng sự khác biệt đó. Trong khi duy trì phép thử, nếu cần thiết, vẫn giữ nguyên số lượng thuốc thử như trong phép xác định.

A.13.4 Phép thử sơ bộ hoặc phép thử kiểm tra

Nếu cần tiến hành kiểm tra trước các thiết bị (ví dụ, kiểm tra các đặc điểm vận hành của máy sắc ký khí) hoặc kiểm tra tính đúng đắn của việc áp dụng phương pháp này bằng cách sử dụng những vật liệu so sánh đã được chứng nhận, các mẫu tổng hợp, hoặc các sản phẩm tự nhiên có độ tinh khiết đã biết, thì mục này sẽ đưa ra các chi tiết cần thiết để tiến hành phép kiểm tra đó.

A.13.5 Phép thử đối chứng

Khi cần để hoặc loại bỏ các chất cản trở do những hiện tượng bất thường gây ra (ví dụ, màu của "nền"), thì phép thử phù hợp sẽ được quy định trong mục này cùng với mọi chi tiết cần thiết về cách tiến hành.

A.13.6 Phép xác định hoặc phép thử

Nếu cần, đưa ngay vào từ đầu phép thử câu "Tiến hành xác định hai lần".

Thứ tự các thao tác phải được mô tả chính xác, sử dụng thể mệnh lệnh thức và phép thử phải được viết theo hình thức chia điều, đoạn dễ đọc để dễ mô tả, dễ hiểu và dễ áp dụng cách tiến hành.

Nếu cần phải giữ sản phẩm của một trong những giai đoạn tiến hành (ví dụ: lọc, kết tủa hoặc cân lắng) để sử dụng như phần mẫu thử trong phép xác định tiếp theo thì phải nêu rõ điều đó bằng ký hiệu hay chữ cái tham chiếu để sau đó trong quá trình phân tích có thể nhận dạng lại khi cần.

Ví dụ: "Giữ phần lọc D để xác định hàm lượng natri."

A.13.7 Hiệu chuẩn

Nếu phương pháp yêu cầu phải hiệu chuẩn bất kỳ một thiết bị nào thì thao tác này là một điều riêng được sắp xếp tại vị trí phù hợp nhất trong mục "Cách tiến hành". Điều này sẽ đưa ra tất cả chi tiết thực hiện các thao tác này.

Điều này, nếu cần, cũng bao gồm cả tần suất hiệu chuẩn (ví dụ, trong trường hợp phân tích lô hàng). Nếu các thao tác liên quan tới việc hiệu chuẩn cũng giống như các thao tác liên quan tới một phần hoặc chính phép xác định đó, khi đó một trong hai điều sẽ được viện dẫn cho nhau.

Ví dụ: "Tiến hành như đã mô tả trong điều từ 9.4.3 đến 9.4.9 trong điều 'Phép xác định'".

A.14 Tính toán kết quả

Điều này đưa ra phương pháp tính toán kết quả, bao gồm:

- các đơn vị dùng biểu thị kết quả;
- công thức tính toán;
- ý nghĩa của các ký hiệu đại số được sử dụng trong công thức;

TCVN 6900-2 : 2001

- đơn vị biểu thị đại lượng;
- số chữ số thập phân hoặc số có nghĩa dùng để biểu thị kết quả.

Các ký hiệu về đại lượng sử dụng theo TCVN 6398 (ISO31).

Nếu một ký hiệu sử dụng với nhiều nghĩa khác nhau cho cùng một đại lượng, các chỉ số (0,1, 2,...) sẽ được thêm vào ký hiệu (ví dụ: m_0, m_1, m_2).

V dụ: Để chuẩn độ xác định độ kiềm của một hợp chất, dùng dung dịch axit clohydric tiêu chuẩn làm chất chuẩn độ. Nồng độ của axit clohydric là 0,2 mol/l.

Phương pháp tính toán như sau:

Độ kiềm w_s , theo KOH, tính bằng miligam trên gam, theo công thức:

$$w_s = \frac{V \times c \times M}{m}$$

trong đó

V là thể tích axit clohydric đã dùng [trích dẫn số tham chiếu trong điều "Thuốc thử và nguyên liệu"], tính bằng mililit;

c là giá trị nồng độ chính xác của dung dịch axit clohydric, tính bằng mol trên lít;

m khối lượng phần mẫu thử, tính bằng gam;

M khối lượng phân tử của kali hydroxyt ($M=56,109$), tính bằng gam trên mol.

Kết quả được lấy đến hai chữ số sau dấu phẩy.

A.15 Độ chụm

Đối với những phương pháp được áp dụng để thí nghiệm liên phòng, phải chỉ ra các thông số về độ chụm (ví dụ, độ lặp lại và độ tái lập). Các thông số về độ chụm phải được tính toán và tốt nhất là được công bố theo các phần tương ứng của TCVN 6910-1 : 2001 (ISO 5725-1) hay một tiêu chuẩn phù hợp khác (được trích dẫn).

Giá trị độ chụm phải được nêu rõ ở dạng tuyệt đối hay tương đối.

Các ví dụ về cách trình bày các điều về độ chụm được đưa ra ở phụ lục B.

Các số liệu thống kê bổ sung nên đưa vào các phần phụ lục, ví dụ như phần trình bày trong phụ lục C.

Các định nghĩa về độ chụm, xem điều 3 và TCVN 6910-1 : 2001 (ISO 5725-1).

A.16 Đảm bảo và kiểm soát chất lượng

Điều này qui định chương trình kiểm soát và đảm bảo chất lượng. Điều này cũng đưa ra các thông tin về mẫu, tần suất, các chuẩn cứ kiểm tra và các hoạt động được tiến hành khi một quá trình bị vượt khỏi tầm kiểm soát. Cách tốt nhất để kiểm soát được phương pháp là áp dụng biểu đồ kiểm tra.

A.17 Các trường hợp đặc biệt

Điều này bao gồm các sửa đổi khi tiến hành với sự có mặt hay không có mặt của các thành phần đặc biệt của sản phẩm được phân tích. Những thay đổi này đã được đề cập trong điều "Phạm vi áp dụng". Mỗi trường hợp đặc biệt phải có riêng một tiêu đề.

Nội dung cách tiến hành đã thay đổi phải gồm các điều sau:

- Nguyên tắc của qui trình đã sửa đổi, qui định các thay đổi được thực hiện đối với nguyên tắc của qui trình chung, hoặc nêu nguyên tắc của qui trình mới;
- Cách lấy mẫu mới, khi sự thay đổi là cần thiết so với cách lấy mẫu chung;
- Qui trình thử mới, hoặc nêu ra sự sửa đổi. Nếu chỉ nêu ra các sửa đổi, cần phải chỉ chính xác vị trí của từng sửa đổi trong cách tiến hành chung. Tốt nhất là chỉ rõ đoạn cuối của qui trình chưa sửa đổi (nhắc lại toàn bộ hay một phần câu cuối, nếu cần) sau đó đưa ra đoạn sửa đổi và cuối cùng chỉ ra đoạn đầu tiên chưa thay đổi ngay sau sự thay đổi này (nhắc lại câu đầu hoặc một phần câu, nếu cần);
- Cách tính toán khi áp dụng qui trình đã sửa đổi hay qui trình bổ sung.

Để rõ ràng, cần phải soạn thảo điều "Các trường hợp đặc biệt" ngay cả khi chỉ có một sửa đổi nhỏ, như vậy sẽ thuận tiện hơn là mô tả sự sửa đổi trong điều "Cách tiến hành".

A.18 Báo cáo thử nghiệm

Điều này quy định những thông tin được đưa vào báo cáo. Thông tin này phải gồm ít nhất nội dung sau:

- mẫu;
- tiêu chuẩn áp dụng (có cả năm xuất bản);
- phương pháp đã áp dụng (nếu tiêu chuẩn gồm nhiều phương pháp);
- kết quả, gồm cả phần trích dẫn trong điều "Tính kết quả";
- các sai lệch so với qui trình thử;
- các điều bất thường quan sát được;
- ngày tháng tiến hành thử;

- Ví dụ:
- a) các thông tin cần thiết để nhận biết mẫu thử;
 - b) tiêu chuẩn trích dẫn (ví dụ, TCVN XXXX);
 - c) phương pháp đã sử dụng (A, B hay C);
 - d) kết quả phép thử, gồm cả các kết quả của từng phép xác định riêng và giá trị trung bình của chúng, được tính toán theo quy định ở điều 8;
 - e) sai lệch so với qui trình thử đã qui định;
 - f) các đặc điểm bất thường đã quan sát được trong quá trình thử;
 - g) ngày tháng tiến hành thử."

A.19 Phụ lục

Phụ lục được sử dụng để làm giảm bớt phần nội dung của tiêu chuẩn về các thông tin chi tiết, mà trình bày ở dạng phụ lục thuận tiện hơn. Phải phân biệt rõ giữa phụ lục qui định và phụ lục tham khảo.

Ví dụ, đôi khi rất có lợi nếu trình bày các giai đoạn khác nhau của qui trình thử theo dạng sơ đồ, đặc biệt trong trường hợp qui trình thử dài, gồm nhiều thao tác. Cách trình bày theo sơ đồ này tốt nhất là nên để ở phần phụ lục tham khảo. Sơ đồ phải chỉ rõ được từng bước khác nhau và thứ tự những thao tác thực hiện ở mỗi giai đoạn được xếp nhóm theo thứ tự hàng dọc (ví dụ: kết tủa, lọc, xử lý cặn). Nếu một dãy các thao tác được kết thúc tại một giai đoạn cụ thể, nó phải được nêu rõ ràng, dứt điểm (ví dụ: “vớt bỏ phần nước lọc”).

A.20 Tài liệu tham khảo

Nếu cần thiết trích dẫn thông tin thì tài liệu trích dẫn đó được đưa vào vị trí văn bản mà chúng được trích dẫn. Nếu số lượng tài liệu tham khảo nhiều, chúng sẽ được đưa và phần tài liệu tham khảo ở cuối tiêu chuẩn.

Chú thích – ISO 690 chỉ ra tài liệu nào cần được đưa vào phần tham khảo.

Phụ lục B

(Tham khảo)

Các ví dụ về cách trình bày các điều khoản về độ chụm

B.1 Cách trình bày độ lặp lại

Ví dụ 1 (khi độ chụm được thể hiện bằng giá trị tuyệt đối)

Chênh lệch tuyệt đối giữa kết quả của hai phép thử đơn độc lập nhận được khi sử dụng cùng một phương pháp, trên những mẫu thử giống hệt nhau, trong cùng một phòng thí nghiệm, do cùng một người thao tác, sử dụng cùng một thiết bị, trong một khoảng thời gian ngắn, không lớn hơn..... trong không quá 5% các trường hợp.

Ví dụ 2 (khi độ chính xác được thể hiện bằng giá trị tương đối)

Chênh lệch tuyệt đối giữa kết quả của hai phép thử đơn độc lập nhận được khi sử dụng cùng một phương pháp, trên những mẫu thử giống hệt nhau, trong một phòng thí nghiệm, do cùng một người thao tác, sử dụng cùng một thiết bị, trong một khoảng thời gian ngắn, không lớn hơn.....% giá trị trung bình của hai kết quả, trong không quá 5% các trường hợp.

Ví dụ 3a và 3b (khi độ chụm có liên quan tới nồng độ chất phân tích)

Ví dụ 3a

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả đơn độc lập nhận được khi sử dụng cùng một phương pháp, trên những mẫu thử giống hệt nhau, trong cùng một phòng thí nghiệm, do cùng một người thao tác, sử dụng cùng một thiết bị, trong một khoảng thời gian ngắn, không vượt quá giới hạn độ lặp lại r , trong không quá 5% các trường hợp, tính theo công thức sau:

$$\text{Hàm lượng đồng trong dầu: } r = 0,010 + 0,1399 m$$

trong đó, m là giá trị trung bình của hai kết quả, tính bằng bằng miligam trên kilôgam.

Ví dụ 3b

Nếu các giá trị của hai kết quả đơn độc lập nhận được khi sử dụng cùng một phương pháp, trên những mẫu thử giống hệt nhau, trong cùng một phòng thí nghiệm, do cùng một người thao tác, sử dụng cùng một thiết bị, trong một khoảng thời gian ngắn, nằm trong khoảng giá trị trung bình dưới đây và chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử nhận được trong không quá 5% các trường hợp, không vượt quá giới hạn độ lặp lại r suy ra từ phép nội suy từ các số liệu sau:

Hàm lượng đồng (mg/kg):	0,5	5,8	35,8
r (mg/kg):	0,06	0,8	3,6

Chú thích – Cách trình bày này có thể rút ngắn như sau (xem ví dụ 1):

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử đơn độc lập nhận được dưới những điều kiện lặp lại không lớn hơn... trong không quá 5% các trường hợp.

B.2 Cách trình bày độ tái lập

Ví dụ 1 (khi độ chụm được biểu thị bằng giá trị tuyệt đối)

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử đơn nhận được khi sử dụng cùng một phương pháp, trên những mẫu thử giống hệt nhau, trong các phòng thí nghiệm khác nhau, do những người thao tác khác nhau thực hiện, sử dụng những thiết bị khác nhau, không lớn hơn... trong không quá 5% các trường hợp.

Ví dụ 2 (khi độ tập trung biểu thị bằng giá trị tương đối)

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử đơn nhận được khi sử dụng cùng một phương pháp, trên những mẫu thử giống hệt nhau, trong các phòng thí nghiệm khác nhau, do người thao tác khác nhau thực hiện, sử dụng các thiết bị khác nhau, không lớn hơn... % giá trị trung bình của hai kết quả, trong không quá 5% các trường hợp.

Ví dụ 3 (khi độ chụm có liên quan đến nồng độ phân tích)

Nếu các giá trị của hai kết quả thử nhận được khi sử dụng cùng một phương pháp, trên những mẫu thử giống hệt nhau, trong các phòng thí nghiệm khác nhau, do những người thao tác khác nhau thực hiện, sử dụng các thiết bị khác nhau, nằm trong khoảng giá trị trung bình có sai số tuyệt đối giữa hai kết quả thử, không vượt giới hạn độ tái lập R , trong không quá 5% các trường hợp. Giới hạn độ tái lập được suy ra từ phép nội suy từ các số liệu sau:

Hàm lượng đồng (mg/kg):	0,5	5,8	35,8
R (mg/kg):	0,2	2,6	11,6

Chú thích – Cách trình bày này có thể rút gọn như sau (sử dụng ví dụ 1):

Chênh lệch tuyệt đối của hai kết quả thử nhận được dưới các điều kiện tái lập, không lớn hơn... trong không quá 5% các trường hợp .

Phụ lục C

(Tham khảo)

Các số liệu thống kê và số liệu khác thu được từ kết quả của các phép thử liên phòng thí nghiệm

Các số liệu thống kê và số liệu khác thu được từ kết quả các phép thử liên phòng thí nghiệm có thể được đưa vào phụ lục tham khảo, dưới dạng bảng số các số liệu phân tích thống kê của các kết quả thu được qua việc cộng tác nghiên cứu phương pháp (xem ví dụ dưới).

Có thể không cần đưa tất cả các số liệu vào bảng, nhưng tối thiểu cũng nên có các số liệu sau:

- số phòng thí nghiệm có các kết quả được chấp nhận (có nghĩa là không có các phòng thí nghiệm có các kết quả bị loại bỏ);
- giá trị trung bình nồng độ chất phân tích trong mỗi mẫu được phân tích;
- cả độ lệch chuẩn lặp lại và độ lệch chuẩn tái lập;
- các tài liệu trích dẫn với các kết quả chính thức của các phép thử liên phòng thí nghiệm.

Độ chệch của phương pháp đo phải được công bố cùng với qui định cách xác định độ chệch đó. Khi độ chệch thay đổi theo sự thay đổi của nồng độ chất phân tích, số liệu về các giá trị trung bình, độ chệch như đã xác định và tài liệu tham khảo cho phép xác định đó [xem TCVN 6910-1 : 2001 (ISO 5725-1)] phải đưa ở dạng bảng.

VÍ DỤ VỀ BẢNG CÁC KẾT QUẢ THỐNG KÊ

Nhận dạng mẫu	A	B	C
Số phòng thí nghiệm tham gia	32	32	32
Số kết quả được chấp nhận	25	28	27
Giá trị trung bình (g/100g mẫu)	0,143	0,748	0,766
Giá trị thực hoặc chấp nhận (g/100g)	-	-	-
Độ lệch chuẩn lặp lại (s_r)	0,010 7	0,046 5	0,049 3
Hệ số biến động lặp lại	7,5 %	6,2 %	6,4 %
Giới hạn độ lặp lại (r) ($2,8 \times s_r$)	0,030	0,132	0,139
Độ lệch chuẩn tái lập (s_R)	0,021 4	0,147 1	0,129 9
Hệ số biến động tái lập	15,0 %	19,7 %	16,9 %
Giới hạn độ tái lập (R) ($2,8 \times s_R$)	0,061	0,416	0,367

Tài liệu tham khảo

- [1] ISO 690 : 1987, Hệ thống tài liệu – Thư mục tài liệu tham khảo – Nội dung, hình thức và cấu trúc.
 - [2] ISO 6206 : 1979 , Sản phẩm hóa dùng trong công nghiệp – Lấy mẫu – Từ vựng.
-