

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 9822:2013

ISO 11533:2009

Xuất bản lần 1

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

*Iron ores – Determination of cobalt –
Flame atomic absorption spectrometric method*

HÀ NỘI – 2013

Lời nói đầu

TCVN 9822:2013 hoàn toàn tương đương với ISO 11533:2009.

TCVN 9822:2013 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC102 *Quặng sắt* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

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

*Iron ores – Determination of cobalt –
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 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 coban trong quặng sắt.

Phương pháp này áp dụng cho dải hàm lượng coban từ 0,000 7 % (khối lượng) đến 0,06 % (khối lượng) trong quặng sắt nguyên khai, tinh quặng sắt và sắt kết khối, kể cả các sản phẩm thiêu kết.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau đây 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, bổ sung (nếu có).

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

TCVN 4851 (ISO 3696), *Nước dùng để phân tích trong phòng thử 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 8625 (ISO 3082), *Quặng sắt – Quy trình lấy mẫu và chuẩn bị mẫu.*

3 Nguyên tắc

Phân hủy phần mẫu thử bằng cách xử lý với acid clohydric, nitric, sulfuric và acid flohydric. Làm bay hơi dung dịch đến khô, sau đó hòa tan và lọc.

Nung cạn, sau đó loại bỏ silic oxide bằng cách xử lý với acid flohydric và làm bay hơi đến khô. Nung cạn với natri carbonat. Hòa tan khối chảy đã để nguội bằng acid clohydric và gộp với phần lọc ban đầu.

Chiết suất bằng isobutyl acetat. Lọc nước được làm bay để giảm thể tích, acid hóa bằng acid nitric và pha loãng đến thể tích.

Phun dung dịch vào ngọn lửa không khí/acetylen của máy quang phổ hấp thụ nguyên tử.

So sánh giá trị độ hấp thụ thu được đối với coban với giá trị độ hấp thụ thu được từ các dung dịch đường chuẩn.

4 Hoá chất, 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).

4.1 Natri carbonat (Na_2CO_3), khan.

4.2 Acid clohydric, ρ từ 1,16 g/ml đến 1,19 g/ml.

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

4.4 Acid nitric, ρ 1,14 g/ml.

4.5 Acid flohydric, ρ 1,13 g/ml, 40 % (khối lượng) hoặc ρ 1,185 g/ml, 48 % (khối lượng).

4.6 Acid sulfuric, ρ từ 1,84 g/ml, pha loãng 1+1.

4.7 Isobutyl acetat.

4.8 Dung dịch nền natri

Hòa tan 15 g natri carbonat (4.1) trong 50 ml nước. Vừa khuấy vừa từ từ thêm 25 ml acid clohydric (4.2). Làm ấm để loại bỏ carbon dioxide, sau đó để nguội. Pha loãng đến 250 ml và lắc đều.

4.9 Dung dịch coban tiêu chuẩn

4.9.1 Dung dịch gốc, 1 000 μg Co/ml.

Hòa tan 1,000 g kim loại coban [độ tinh khiết lớn hơn 99,5 % (khối lượng)] bằng cách gia nhiệt trong 30 ml acid clohydric (4.2). Thêm 5 ml acid nitric (4.4) và gia nhiệt để loại bỏ các nitơ oxide. Để nguội, pha loãng bằng nước đến 1 000 ml trong bình định mức và lắc đều.

4.9.2 Dung dịch tiêu chuẩn A, 25 µg Co/ml.

Chuyển 25 ml dung dịch coban gốc (4.9.1) vào bình định mức dung tích 1 000 ml. Pha loãng bằng nước đến vạch mức và lắc đều.

4.9.3 Dung dịch tiêu chuẩn B, 200 µg Co/ml.

Chuyển 50 ml dung dịch coban gốc (4.9.1) vào bình định mức 250 ml. Pha loãng bằng nước đến vạch mức và lắc đều.

5 Thiết bị, dụng cụ

Thiết bị, dụng cụ thường dùng trong phòng thử nghiệm, bao gồm pipet một vạch và bình định mức phù hợp với các quy định tương ứng của TCVN 7151 (ISO 648) và TCVN 7153 (ISO 1042), và các thiết bị, dụng cụ sau:

5.1 Phễu chiết, dung tích 100 ml.

5.2 Chén platin, dung tích 30 ml.

5.3 Máy quang phổ hấp thụ nguyên tử, có đầu đốt không khí/acetylen.

CẢNH BÁO: Phải theo hướng dẫn của nhà sản xuất, khi đốt và dập tắt ngọn lửa không khí/acetylen 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 sử dụng trong phương pháp này phải đáp ứng các tiêu chí sau:

- a) **Độ nhạy tối thiểu:** độ hấp thụ của dung dịch đường chuẩn coban 4 µg/ml, khi đo trong ngọn lửa có đường truyền qua dài 10 cm ở bước sóng 240,7 nm, phải có giá trị ít nhất là 0,20 và độ hấp thụ của dung dịch đường chuẩn coban 32 µg/ml, khi đo trong ngọn lửa có đường truyền qua dài 10 cm ở bước sóng 252,2 nm, phải có giá trị ít nhất là 0,60 khi không sử dụng chức năng giãn thang đo.
- b) **Độ tuyến tính:** độ dốc của đường chuẩn bao trùm 20 % dải nồng độ phía trên của nồng độ (biểu thị bằng sự thay đổi độ hấp thụ) không nhỏ hơn 0,7 của giá trị độ dốc ở 20 % dải nồng độ phía dưới 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 zero, được tính từ số lượng tối thiểu 10 phép đo lặp lại, phải nhỏ hơn tương ứng 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 bằng biểu đồ và/hoặc thiết bị hiện số để đánh giá các tiêu chí a), b) và c) và cho các loạt phép đo tiếp theo.

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 thử nghiệm và có thể sử dụng như các hướng dẫn. Dung dịch được phun vào ngọn lửa không khí/acetylen.

TCVN 9822:2013

– Dòng đèn catốt rỗng, mA	7
– Bước sóng, nm	240,7 252,2
– Tốc độ dòng không khí, L/min	20
– Tốc độ dòng acetylen, L/min	5

Trong hệ thống không sử dụng các giá trị tốc độ dòng khí nêu trên, thì tỷ lệ của tốc độ dòng khí này là các hướng dẫn hữu ích để tham khảo.

Tiêu chí b) và c) phải được xác định riêng ở bước sóng 240,7 nm và 252,2 nm.

6 Lấy mẫu và mẫu thử

6.1 Mẫu phòng thử nghiệm

Để phân tích, sử dụng mẫu phòng thử nghiệm có cỡ hạt nhỏ hơn 100 μm được lấy và chuẩn bị theo TCVN 8625 (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 μm .

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

6.2 Chuẩn bị mẫu thử đã sấy sơ bộ

Trộn đều mẫu phòng thử 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 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ như quy định trong TCVN 1664 (ISO 7764). (Đây là mẫu thử đã sấy sơ bộ).

7 Cách tiến hành

7.1 Số lượng phép xác định

Tiến hành phân tích độc lập ít nhất hai phép xác định song song 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. Riêng đối với phương pháp phân tích cụ thể này, điều kiện này hàm ý là việc lặp lại 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 2 g mẫu thử đã sấy sơ bộ theo 6.2, chính xác đến 0,000 2 g.

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

7.3 Phép thử trắng và phép thử kiểm tra

Trong mỗi loạt phép thử, tiến hành song song một phép thử trên mẫu thử với một phép thử trắng và một phép thử mẫu chuẩn được chứng nhận cùng loại với mẫu quặng trong cùng một điều kiện. Mẫu thử đã sấy sơ bộ của mẫu chuẩn được chứng nhận phải được chuẩn bị như quy định tại 6.2.

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

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

Chuyển phần mẫu thử (7.2) vào cốc dung tích 250 ml. Tắm ướt bằng vài mililit nước, sau đó thêm 50 ml acid clohydric (4.2), đậy cốc bằng nắp kính đồng hồ và gia nhiệt ở 95 °C trong 1 h.

Nếu sau khi phân hủy lượng cặn không tan còn nhiều, tăng nhiệt độ tắm gia nhiệt lên khoảng 105 °C và tiếp tục gia nhiệt, tránh để sôi.

Thêm 5 ml acid nitric (4.4) và 0,5 ml acid sulfuric (4.6) và gia nhiệt ở 105 °C trong 15 min. Dịch chuyển nắp kính đồng hồ để tạo khe hở khoảng 5 mm, và thêm 1 ml acid flohydric (4.5). Làm bay hơi đến khô và gia nhiệt khoảng hơn 15 min.

Thêm 20 ml acid clohydric (4.3) và gia nhiệt nhẹ để hòa tan muối. Rửa nắp kính đồng hồ và thành cốc. Lọc qua giấy lọc định lượng (đường kính tối đa 11 cm) vào cốc 250 ml. Lấy tất cả các hạt bám dính khỏi cốc bằng đũa bịt cao su, rửa giấy và cặn bằng một lượng nhỏ acid clohydric ẩm (4.3) cho đến khi giấy lọc không còn vết sắt, sau đó rửa bằng nước ấm. Giữ lại phần lọc.

7.4.2 Xử lý cặn

Đưa giấy lọc và cặn vào chén bạch kim (5.2). Làm bay hơi hết nước khỏi giấy lọc bằng cách đặt chén trên tấm gia nhiệt trong khoảng 20 min. Tro hoá giấy lọc ở nhiệt độ 600 °C trong 30 min, sau đó nung ở nhiệt độ 850 °C trong 60 min. Để nguội và thêm 5 ml acid flohydric (4.5) và 0,5 ml acid sulfuric (4.6). Làm bay hơi đến khô trên tấm gia nhiệt ở 200 °C. Thêm 300 mg natri carbonat (4.1) và nung chảy ở 900 °C trong 30 min. Hòa tan khối chảy đã nguội bằng 10 ml acid clohydric (4.3) bằng cách làm ấm trên tấm gia nhiệt.

7.4.3 Xử lý dung dịch gộp phân lọc và nước rửa

Làm bay hơi phân lọc (7.4.1) và nước rửa đến khi còn khoảng từ 5 ml đến 10 ml.

Thêm 20 ml acid clohydric (4.2). Thêm dung dịch phân xử lý cặn (7.4.2), dùng 2 ml acid clohydric (4.3) trong bình tia để tia rửa chén.

Chuyển vào phễu chiết (5.1), dùng 5 ml đến 7 ml acid clohydric (4.3) từ bình tia. Thêm 25 ml isobutyl acetat (4.7) và lắc mạnh trong 1 min. Để tách lớp, sau đó cho lớp dung dịch phía dưới chảy vào cốc dung tích 250 ml cho đến khi còn lại 0,5 ml lớp dung dịch này. Thêm 5 ml acid clohydric (4.2) và để 1 ml chảy qua van khóa. Lắc mạnh trong 30 s, để tách lớp, sau đó tháo lớp dung dịch phía dưới vào cốc. Loại bỏ lớp hữu cơ chứa sắt.

Đổ lớp dung dịch nước trở lại phễu chiết, dùng 2 ml acid clohydric (4.3) từ bình tia và lặp lại quá trình chiết isobutyl acetat như mô tả ở trên.

Làm bay hơi cốc chứa nước đến khoảng 5 ml.

Tia rửa thành cốc bằng 5 ml nước. Thêm 5 ml acid nitric (4.4). Chuyển vào bình định mức dung tích 50 ml và pha loãng bằng nước đến thể tích.

7.4.4 Chuẩn bị dãy dung dịch đường chuẩn

Chuẩn bị dãy dung dịch đường chuẩn phù hợp với hàm lượng coban dự kiến trong mẫu. Đối với dải hàm lượng coban từ 0,000 7 % khối lượng đến 0,010 0 % khối lượng, sử dụng dung dịch tiêu chuẩn A (4.9.2). Đối với dải hàm lượng coban từ 0,010 0 % khối lượng đến 0,06 % khối lượng, sử dụng dung dịch tiêu chuẩn B (4.9.3).

Chuyển 2 ml; 4 ml; 6 ml và 8 ml phần tương ứng dung dịch tiêu chuẩn vào bình định mức 50 ml. Thêm 5 ml dung dịch nền natri (4.8), 5 ml acid nitric (4.4) và 5 ml acid clohydric (4.3). Pha loãng bằng nước đến thể tích và lắc đều. Chuẩn bị dung dịch hiệu chuẩn zero bằng cách chuyển 5 ml dung dịch nền natri (4.8), 5 ml acid nitric (4.4) và 5 ml acid clohydric (4.3) vào bình định mức dung tích 50 ml. Pha loãng bằng nước đến thể tích và lắc đều.

Dải hàm lượng coban có thể thay đổi với các thiết bị khác nhau. Chú ý phải đạt các tiêu chí tối thiểu như trong 5.3. Đối với các thiết bị có độ nhạy cao, có thể sử dụng lượng dung dịch chuẩn ít hơn. Trong trường hợp này có thể điều chỉnh theo nồng độ mẫu trong Bảng 1.

7.4.5 Điều chỉnh máy quang phổ hấp thụ nguyên tử

Đặt bước sóng đối với coban (240,7 nm đối với hàm lượng coban nhỏ hơn 0,010 0 %, 252,2 nm đối với dải hàm lượng coban từ 0,010 0 % đến 0,06 %) để nhận được độ hấp thụ cực tiểu. Lắp đầu đốt thích hợp và bật ngọn lửa không khí/acetylen theo hướng dẫn của nhà sản xuất. Sau 10 min gia nhiệt đầu đốt, vừa phun dung dịch hiệu chuẩn có nồng độ cao nhất (xem 7.4.4)

vừa chỉnh dòng nhiên liệu và vị trí đầu đốt để thu được độ hấp thụ cực đại, và đánh giá các tiêu chí ở 5.3.

Phun nước và dung dịch hiệu chuẩn để chắc chắn rằng số đọc độ hấp thụ không bị trôi và đặt số đọc độ hấp thụ ban đầu của nước bằng zero.

7.4.6 Phép đo độ hấp thụ nguyên tử

Phun các dung dịch hiệu chuẩn và dung dịch thử cuối cùng theo thứ tự độ hấp thụ tăng dần, bắt đầu từ dung dịch thử trắng pha loãng và dung dịch hiệu chuẩn zero, phun dung dịch thử cuối cùng tại điểm thích hợp trong các lần phun. Phun nước giữa mỗi lần phun dung dịch và ghi lại số đọc độ hấp thụ khi thu được trạng thái ổn định.

Lặp lại phép đo ít nhất hai lần và lấy trung bình các số đọc. Độ hấp thụ thực của mỗi dung dịch hiệu chuẩn thu được bằng cách trừ đi độ hấp thụ của dung dịch hiệu chuẩn zero. Tương tự, độ hấp thụ thực của dung dịch thử hoặc dung dịch thử cuối cùng thu được bằng cách trừ đi độ hấp thụ của dung dịch thử trắng pha loãng.

Xây dựng đường chuẩn bằng cách dựng đồ thị giá trị độ hấp thụ thực của dung dịch hiệu chuẩn theo nồng độ coban, tính bằng microgam trên mililit, (xem Bảng 1).

Tính chuyển giá trị độ hấp thụ thực của dung dịch thử cuối cùng ra microgam coban trên mililit bằng giá trị trung bình của đồ thị đường chuẩn.

Bảng 1 – Dung dịch hiệu chuẩn

Số dung dịch	Dung dịch tiêu chuẩn A, (4.9.2) ml	Dung dịch tiêu chuẩn B, (4.9.3) ml	Nồng độ coban, µg/ml
0	0	0	0
1	2	–	1
2	4	–	2
3	6	–	3
4	8	–	4
5	–	2	8
6	–	4	16
7	–	6	24
8	–	8	32

8 Biểu thị kết quả

8.1 Tính hàm lượng coban

Hàm lượng coban, w_{Co} , tính bằng phần trăm khối lượng, lấy đến sáu số thập phân, tính theo công thức (1):

$$w_{Co} = \frac{\rho_{Co} \times 50}{1000\,000 \times m} \times 100 = \frac{\rho_{Co}}{200 \times m} \quad (1)$$

trong đó

ρ_{Co} là nồng độ coban trong dung dịch thử, tính bằng microgam trên mililit;

m là khối lượng của phần mẫu thử, 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 công thức sau:

$$R_d = 0,053\,2X + 0,000\,3 \quad (2)$$

$$P = 0,101\,8X + 0,000\,4 \quad (3)$$

$$\sigma_d = 0,018\,8X + 0,000\,1 \quad (4)$$

$$\sigma_L = 0,032\,5X + 0,000\,1 \quad (5)$$

trong đó

X là hàm lượng coban trong mẫu thử đã sấy sơ bộ, tính bằng phần trăm khối lượng, được tính như sau:

- dùng công thức (2) và (4) trong cùng phòng thử nghiệm: trung bình số học của các giá trị song song;
- dùng công thức (3) và (5) giữa các phòng thử nghiệm: trung bình số học của các kết quả cuối cùng (8.2.5) của hai phòng thử nghiệm.

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

σ_L là độ lệch chuẩn giữa các phòng thử nghiệm;

R_d là giới hạn kết quả song song độc lập;

P là sai số cho phép giữa các phòng thử nghiệm.

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

8.2.2 Xác định kết quả phân tích

Sau khi tính được các kết quả song song độc lập theo công thức (1), so sánh với giới hạn kết quả song song độc lập (R_d), sử dụng quy trình nêu trong Phụ lục A.

8.2.3 Độ chụm giữa các phòng thử nghiệm

Độ chụm giữa các phòng thử nghiệm được sử dụng để xác định sự phù hợp các kết quả cuối cùng của hai phòng thử nghiệm. Giả thiết rằng hai phòng thử nghiệm tiến hành cùng quy trình đã mô tả trong 8.2.2.

Tính đại lượng sau:

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

trong đó

- μ_1 là kết quả cuối cùng của phòng thử nghiệm 1;
- μ_2 là kết quả cuối cùng của phòng thử nghiệm 2;
- $\mu_{1,2}$ là giá trị trung bình của các kết quả cuối cùng.

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). Quy trình như mô tả ở trên. Sau đó tính độ chụm, kết quả phân tích cuối cùng rồi so sánh với giá trị chuẩn hoặc giá trị chuẩn chứng nhận A_c . Có hai khả năng:

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

trong đó

- μ_c là kết quả cuối cùng đối với mẫu chuẩn được chứng nhận;
- A_c là giá trị chuẩn/chứng nhận đối với CRM/RM;
- C là giá trị phụ thuộc vào loại mẫu chuẩn CRM/RM được sử dụng.

TCVN 9822:2013

Các mẫu chuẩn được chứng nhận sử dụng cho mục đích này phải được chuẩn bị và chứng nhận theo TCVN 8245:2008 (ISO/IEC Guide 35:2006) *Mẫu chuẩn – Nguyên tắc chung và nguyên tắc thống kê để chứng nhận*.

C phải được tính như sau:

$$C = 2 \sqrt{\frac{s_c^2}{N_c} + \sigma_L^2 + \frac{\sigma_d^2}{n}} \quad (7)$$

trong đó

s_c là độ lệch chuẩn của các giá trị trung bình phòng thử nghiệm (mỗi giá trị dùng để tính tính độ lệch chuẩn là giá trị trung bình của mỗi phòng thử nghiệm được chứng nhận) trên mỗi CRM/RM;

N_c là số phòng thử nghiệm được chứng nhận;

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

Đối với mẫu CRM do một phòng thử nghiệm chứng nhận C phải được tính như sau:

$$C = \sqrt{2\sigma_L^2 + \frac{\sigma_d^2}{n}} \quad (8)$$

Tránh sử dụng CRM do một phòng thử 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 tại Phụ lục A, tính đến sáu số thập phân và giá trị được làm tròn đến số thập phân thứ tư như sau:

- nếu số thập phân thứ năm nhỏ hơn 5 thì bỏ đi và giữ nguyên số thập phân thứ tư;
- nếu số thập phân thứ năm bằng 5 và số thập phân thứ sáu khác 0, hoặc số thập phân thứ năm lớn hơn 5 thì tăng số thập phân thứ tư lên một đơn vị;
- nếu số thập phân thứ năm bằng 5 và số thập phân thứ sáu bằng 0 thì bỏ số 5 và giữ nguyên số thập phân thứ tư 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 coban oxide

Hàm lượng coban oxide biểu thị bằng phần trăm khối lượng, tính theo công thức

$$w_{CoO} = 1,271w_{Co} \quad (9)$$

9 Báo cáo thử nghiệm

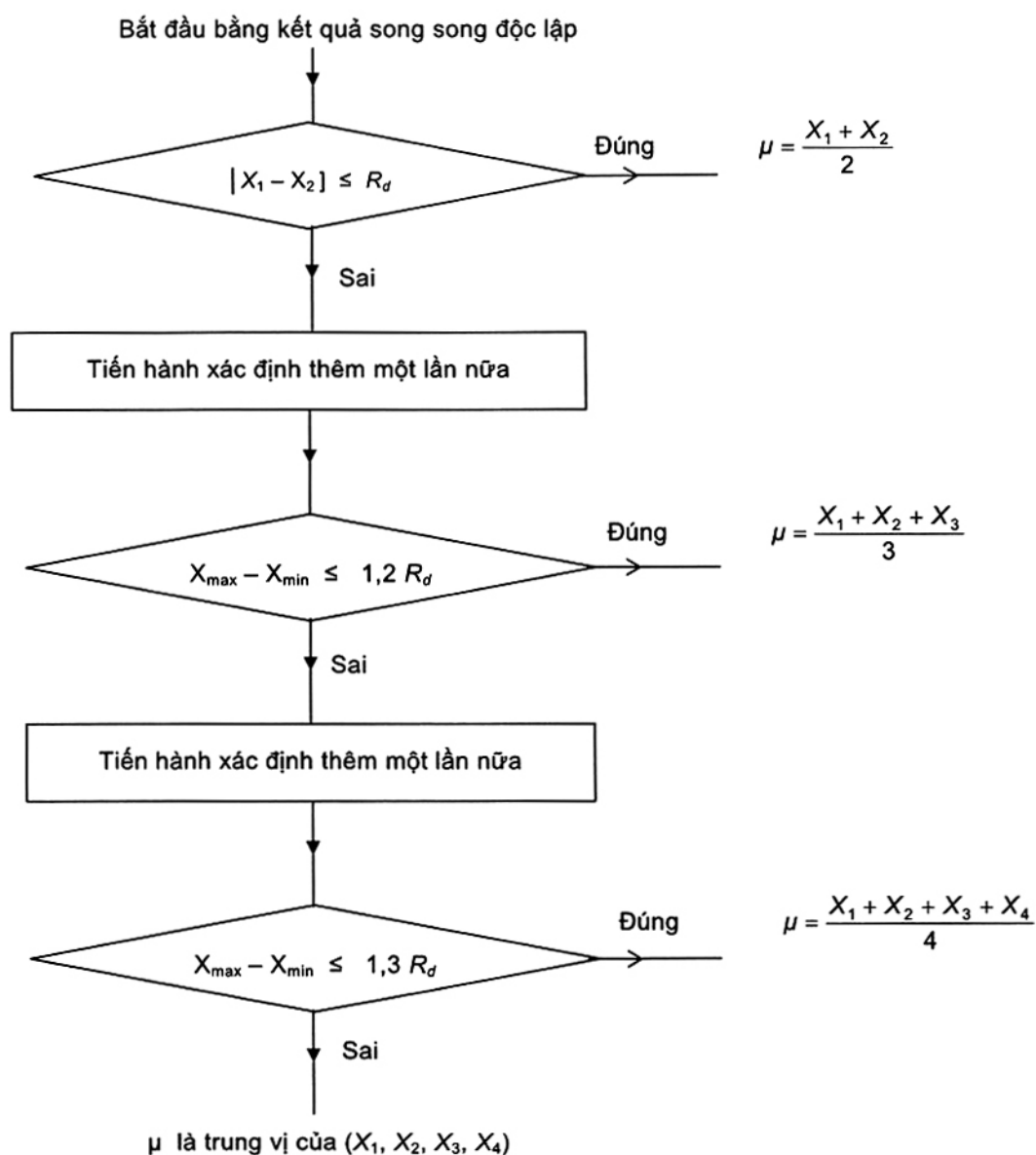
Báo cáo thử nghiệm gồm các thông tin sau:

- a) tên và địa chỉ phòng thử nghiệm;
- b) ngày báo cáo thử nghiệm;
- 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 ở 8.2.1

Phụ lục B

(tham khảo)

Nguồn gốc của các công thức độ lặp lại và sai số cho phép

Các công thức trong 8.2.1 được rút ra từ những kết quả thử của chương trình phân tích quốc tế tiến hành trong các năm từ 1990 đến 1992 thực hiện trên bảy mẫu quặng sắt do 14 phòng thử nghiệm của sáu 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 coban trong các mẫu thử

Mẫu	Hàm lượng coban, % (khối lượng)
Quặng NBS Sibley 27 f	0,000 7
Quặng vôi viên Whyalla	0,002 6
Quặng Algarrobo	0,006 2
Quặng manhetit Peru	0,008 2
Cát sắt Philippin	0,014 4
Quặng manhetit Palabora	0,021 2
Quặng USSR	0,059 0

CHÚ THÍCH 1: Báo cáo của chương trình thử nghiệm quốc tế (tài liệu ISO/TC102/SC2 N 1094, tháng 9/1992) và phân tích thống kê các kết quả (tài liệu ISO/TC 102 TRC 13, tháng 3/2008) được lưu tại Ban thư ký ISO/TC102/SC2.

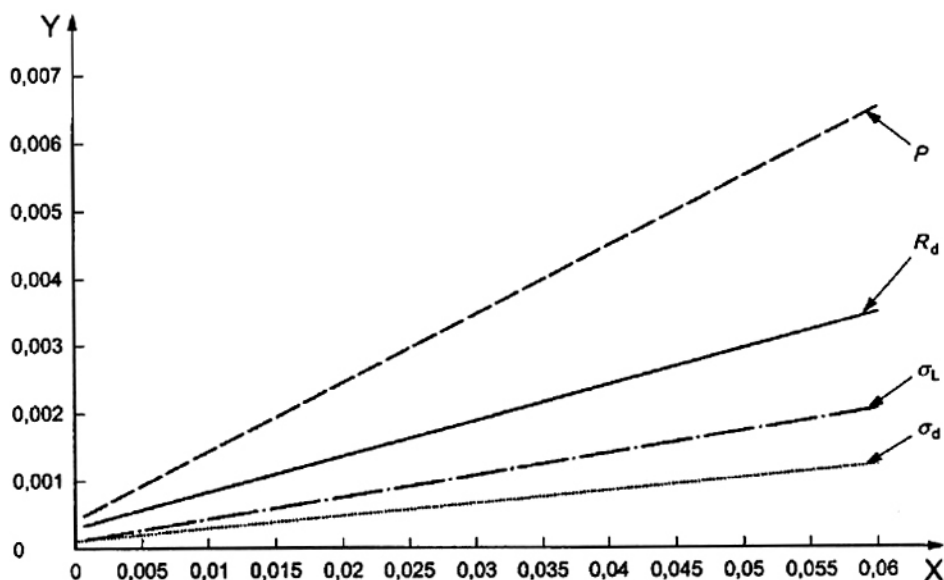
CHÚ THÍCH 2: Phân tích thống kê được trình bày phù hợp với các nguyên tắc của TCVN 6910 (ISO 5725) (tất cả các phần) *Độ chính xác (độ đúng và độ chụm) của phương pháp đo và kết quả đo.*

Phụ lục C

(tham khảo)

Số liệu độ chụm thu được từ thử nghiệm phân tích quốc tế

Hình C.1 đồ thị biểu diễn các công thức trong 8.2.1



CHÚ DẪN

X Hàm lượng coban, %

Y Độ chụm, %

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