

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

**TCVN 9816:2013
ISO 29541:2010**

Xuất bản lần 1

**NHIÊN LIỆU KHOÁNG RẮN –
XÁC ĐỊNH TỔNG HÀM LƯỢNG CARBON, HYDRO VÀ NITƠ
– PHƯƠNG PHÁP NUNG**

Solid mineral fuels –

Determination of total carbon, hydrogen and nitrogen content – Instrument method

HÀ NỘI – 2013

Lời nói đầu

TCVN 9816:2013 hoàn toàn tương đương với ISO 29541:2010.

TCVN 9816:2013 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn kỹ thuật quốc gia TCVN/TC27 *Nhiên liệu khoáng rắn* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Lời giới thiệu

Xác định chắc chắn tổng carbon, hydro và nitơ là rất quan trọng để áp dụng cho việc tính kỹ thuật để đốt than. Độ chụm và độ chính xác của phép xác định hàm lượng carbon của than là cần thiết cho mục đích tính carbon.

Nhiên liệu khoáng rắn – Xác định tổng hàm lượng carbon, hydro và nitơ – Phương pháp nung

Solid mineral fuels – Determination of total carbon, hydrogen and nitrogen content – Instrument 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 để xác định tổng carbon, hydro và nitơ trong than và cốc bằng phương pháp nung.

CHÚ THÍCH: Phương pháp này chỉ sử dụng cho than khi phù hợp với các nguyên tắc của TCVN 6910-1 (ISO 5725-1).

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 (nếu có).

TCVN 1693 (ISO 18283), *Than đá và cốc - Lấy mẫu thủ công*

TCVN 4919 (ISO 687), *Nhiên liệu khoáng rắn - Cốc - Xác định độ ẩm trong mẫu thử phân tích chung*

TCVN 8620-2 (ISO 5068-2), *Than nâu và than non - Xác định hàm lượng ẩm - Phần 2: Phương pháp khối lượng gián tiếp xác định hàm lượng ẩm trong mẫu phân tích*

ISO 1213-2, *Solid mineral fuels - Vocabulary - Part 2: Terms relating to sampling, testing and analysis (Nhiên liệu khoáng rắn - Từ vựng - Phần 2: Thuật ngữ liên quan đến lấy mẫu, thử nghiệm và phân tích)*.

ISO 5069-2, *Brown coals and lignites - Principles of sampling - Part 2: Sample preparation for determination of moisture content and for general analysis (Than nâu và than non - Nguyên tắc lấy mẫu - Phần 2: Chuẩn bị mẫu để xác định hàm lượng ẩm và để phân tích chung)*

TCVN 9816:2013

ISO 11722, Solid mineral fuels - Hard coal - Determination of moisture in the general analysis test sample by drying in nitrogen (*Nhiên liệu khoáng rắn - Than đá - Xác định hàm lượng ẩm trong mẫu thử phân tích chung bằng cách sấy trong nitơ*)

ISO 13909-4, Hard coal and coke - Mechanical sampling - Part 4: Coal - Preparataion of test sample (*Than đá và cốc - Lấy mẫu cơ giới - Phần 4: Than - Chuẩn bị mẫu thử*)

ISO 13909-6, Hard coal and coke - Mechanical sampling - Part 6: Coke - Preparataion of test sample (*Than đá và cốc - Lấy mẫu cơ giới - Phần 6: Cốc - Chuẩn bị mẫu thử*)

3 Thuật ngữ và định nghĩa

Tiêu chuẩn này áp dụng các thuật ngữ và định nghĩa nêu trong ISO 1213-2.

4 Nguyên tắc

Đồng thời xác định carbon, hydro và nitơ trong một quy trình nung đơn giản. Chuyển định lượng carbon, hydro và nitơ thành các khí tương ứng của chúng (CO_2 , H_2O , N_2/NO_x) xảy ra trong quá trình nung mẫu ở nhiệt độ cao trong môi trường oxy. Loại bỏ các sản phẩm cháy có thể gây nhiễu cho phép phân tích khí tiếp theo. Các nitơ oxide (NO_x) tạo ra trong quá trình cháy bị khử thành N_2 . Carbon dioxide, hơi nước và nitơ nguyên tố trong dòng khí được xác định định lượng theo quy trình phân tích khí bằng thiết bị thích hợp.

5 Hóa chất, thuốc thử

Trừ khi có các quy định khác, tất cả các thuốc thử đều phải có phẩm cấp thuốc thử, phân tích.

5.1 Khí mang, heli hoặc khí phù hợp khác theo quy định của nhà sản xuất thiết bị.

5.2 Oxy, theo quy định của nhà sản xuất thiết bị.

5.3 Thuốc thử bổ sung, chủng loại và chất lượng như quy định của nhà sản xuất thiết bị.

5.4 Các mẫu hiệu chuẩn, xem Bảng 1.

Nếu các mẫu này kèm theo chứng nhận có thể tìm nguồn gốc phân tích chúng bao gồm các giá trị không chắc chắn về carbon, hydro và nitơ thì sử dụng các giá trị chứng nhận đó cho các mục đích hiệu chuẩn. Nếu các hợp chất tinh khiết (độ tinh khiết > 99,5 %) là có sẵn thì sử dụng các giá trị hoá học lượng tử. Bảo quản các chất này trong bình hút ẩm để các hợp chất ở trạng thái khô.

Bảng 1 liệt kê các chất tinh khiết bao gồm trong nghiên cứu giữa các phòng thí nghiệm (ILS) để xác định các yêu cầu hiệu chuẩn và độ chụm của tiêu chuẩn này. Các ILS chỉ ra rằng acid benzoic là không phù hợp để hiệu chuẩn. Các chất tinh khiết khác với chất đã liệt kê trong Bảng 1 có thể được sử dụng để hiệu chuẩn các chất đã được cung cấp phù hợp với độ tinh khiết và yêu cầu hiệu chuẩn của tiêu chuẩn này.

Bảng 1 – Ví dụ các mẫu hiệu chuẩn phù hợp và hàm lượng các lượng tử C, H và N của chúng

Tên	Công thức	Hàm lượng, %		
		Carbon	Hydro	Nitơ
EDTA (etylen diamin tetra- acid acetic)	$C_{10}H_{16}N_2O_8$	41,1	5,5	9,6
Phenylalanin	$C_9H_{11}NO_2$	65,4	6,7	8,5
Acetanilin	C_8H_9NO	71,1	6,7	10,4
BBOT (AS-NO 7128-64-5) 2,5-bis (5'tert-butyl-2-benzoxazolyl)thiophen	$C_{26}H_{26}N_2O_2S$	72,5	6,1	6,5

5.5 Mẫu chuẩn

Than mẫu chuẩn với thành phần đã được chứng nhận và không chắc chắn về carbon, hydro và nitơ có thể được sử dụng để kiểm tra theo dõi sự thay đổi các tín hiệu của thiết bị, có thể bị ảnh hưởng bởi các thành phần không có trong mẫu hiệu chuẩn và để kiểm tra khả năng chấp nhận các kết quả của nitơ. Cách khác, cũng có thể sử dụng than đã biết các thành phần làm mẫu kiểm tra. Vì các thành phần trong đồng than có thể thay đổi trong quá trình bảo quản nên không sử dụng than để hiệu chuẩn.

6 Thiết bị, dụng cụ

6.1 Thiết bị phân tích, gồm lò nung và hệ thống phát hiện, xử lý khí có khả năng phân tích phần mẫu thử 6 mg hoặc lớn hơn.

6.2 Cân, độc lập hoặc tích hợp với thiết bị khác, có độ phân giải ít nhất là 0,1 % khối lượng của phần mẫu thử.

7 Chuẩn bị mẫu thử

Mẫu phải là mẫu thử phân tích chung được chuẩn bị đến kích thước danh nghĩa lớn nhất là 212 μm theo ISO 13909-4, ISO 13909-6, TCVN 1693 (ISO 18283) và ISO 5069-2. Quy trình chuẩn bị mẫu được mô tả trong ISO 13909-4 đối với than, ISO 13909-6 đối với cốc và ISO 5069-2 đối với than nâu và than non.

Hàm lượng ẩm trong mỗi mẫu thử và mẫu chuẩn phải được xác định phù hợp với ISO 11722 đối với than, TCVN 4919 (ISO 687) đối với cốc và ISO 5069-2 đối với than nâu và than non. Nói cách khác, phải sấy khô mẫu và mẫu chuẩn trước khi phân tích.

8 Cách tiến hành

8.1 Bố trí thiết bị

Kiểm tra tất cả các thông số vận hành của thiết bị phù hợp với đặc tính kỹ thuật trong sổ tay hướng dẫn vận hành thiết bị. Kiểm tra điều kiện và chất lượng của tất cả các hoá chất hiện có để sử dụng trong thiết bị để đảm bảo rằng chúng đáp ứng số lượng mẫu được phân tích. Trước khi phân tích, kiểm tra và nếu cần hiệu chỉnh tất cả những rò rỉ trong hệ thống đốt và hệ thống khí mang.

8.2 Phân tích mẫu trắng

Thực hiện phân tích mẫu trắng hàng ngày để xác lập mức độ carbon, hydro và nitơ trong khí đốt và khí mang. Mức nitơ trong các khí này phải không vượt quá 1 % tín hiệu nitơ của thiết bị đối với khối lượng thấp nhất của mẫu hiệu chuẩn. Lập lại phân tích mẫu trắng sau khi thay đổi hoặc có các khí mới hoặc thuốc thử khác.

8.3 Ổn định và kiểm tra độ ổn định của thiết bị

Ổn định thiết bị phù hợp với hướng dẫn của nhà sản xuất (thường cho chạy ít nhất là hai phân mẫu than, cốc hoặc than nâu hoặc than non có thành phần điển hình của mẫu phân tích chung).

Lựa chọn mẫu đã ổn định có thành phần tương tự như mẫu điển hình. Tiến hành bốn phép xác định của mẫu ổn định. Loại bỏ phép xác định đầu tiên.

Nếu bất kỳ chênh lệch lớn nhất của ba phép thử còn lại có giá trị vượt quá $1,2r$ thì lập lại phép xác định carbon, hydro và nitơ, trong đó r là giới hạn độ lặp lại (xem Điều 10) của tiêu chuẩn này, độ ổn định của thiết bị có thể sai. Trong trường hợp này, thực hiện hiệu chỉnh trước khi hiệu chuẩn.

8.4 Hiệu chuẩn

Phải hiệu chuẩn thiết bị như khuyến nghị của nhà sản xuất, hoặc bất kỳ khi nào có sự thay đổi về thiết bị hoặc bất kỳ khi nào phân tích mẫu kiểm định (xem 8.5) chỉ ra rằng có sự chênh lệch không thể chấp nhận giữa giá trị kiểm định và giá trị đã đo được.

Chọn số lượng một hoặc một số mẫu hiệu chuẩn (xem 5.4) ở trạng thái hồi quy để sử dụng và dài mong đợi của carbon, hydro và nitơ trong mẫu thử để phân tích. Xem điều A.1 đối với các khuyến cáo về số lượng các điểm hiệu chuẩn và Điều A.2 về những khuyến cáo liên quan đến khối lượng hiệu chuẩn.

CHÚ THÍCH: Không sử dụng than để hiệu chuẩn bởi vì than bị giảm phẩm cấp theo thời gian và thành phần của than bị thay đổi.

8.5 Kiểm tra việc hiệu chuẩn

Trước khi phân tích các mẫu thử, kiểm tra khả năng chấp nhận của việc hiệu chuẩn bằng cách phân tích mẫu hiệu chuẩn (xem 5.4) không sử dụng để hiệu chuẩn. Trong Bảng 2, liệt kê các giới hạn chênh lệch giữa giá trị đã đo và giá trị lượng tử hoặc đã chứng nhận.

Bảng 2 – Các giới hạn hiệu chuẩn có thể chấp nhận

Nguyên tố	Giới hạn có thể chấp nhận, phần trăm tương đối, %
Carbon	1,20
Hydro	2,10
Nitơ	1,80

Nếu các kết quả kiểm tra không phù hợp với phạm vi các giới hạn đã quy định trong Bảng 2, phải tiến hành chạy mẫu kiểm tra bổ sung. Nếu các kết quả chạy kiểm tra bổ sung không phù hợp với giới hạn các giá trị đã đo và lượng tử hoặc được chứng nhận, thì phải hiệu chỉnh lại thiết bị.

Điều A.3 nêu các ví dụ kiểm định hiệu chuẩn.

8.6 Phân tích mẫu thử

Như đã chỉ dẫn ở Điều 7, xác định hàm lượng ẩm của từng mẫu thử đồng thời với các phân tích này.

Tiến hành phân tích từng mẫu thử bằng cách cân một phần mẫu thử có khối lượng sử dụng bình thường cho phân tích. Tất cả các mẫu thử phải chạy song song.

Kiểm định hiệu chuẩn khi kết thúc từng mẻ thử, và tốt nhất là tại mỗi 10 mẫu thử, phù hợp với 8.5.

Khi bắt đầu loạt mẫu thử thích hợp, hoặc khi kết thúc của loạt mẫu thử thích hợp, hoặc cả hai, phân tích song song một mẫu chuẩn như đối với một mẫu thử để nhận được đặc tính có thể chấp nhận của thiết bị và hiệu chuẩn đối với mẫu.

Các kết quả song song về carbon, hydro và nitơ được tính ở trạng thái khô phù hợp với điều 9 phải khớp với phạm vi các giới hạn độ lặp lại đã quy định trong Điều 10. assignable

Nếu nằm ngoài các tiêu chí có thể chấp nhận này, loại bỏ tất cả các kết quả thử tách biệt với kết quả có thể chấp nhận cuối cùng đối với mẫu chuẩn đã chứng nhận (CRM). Thực hiện tác động để nhận biết và hiệu chỉnh nguyên nhân có thể, nếu cần thiết thì hiệu chuẩn lại thiết bị theo 8.4.

9 Biểu thị kết quả

Ghi lại tổng hàm lượng carbon, hydro và nitơ như đã phân tích, tính bằng phần trăm khối lượng.

Báo cáo các kết quả (giá trị trung bình phép phân tích song song) ở trạng thái khô chính xác đến 0,1 % đối với carbon và chính xác đến 0,01 % đối với hydro và nitơ.

Để tính ở trạng thái khô, sử dụng các đẳng thức từ (1) đến (3), trong đó ký hiệu "d" chỉ thị trạng thái khô và ký hiệu "ad" chỉ thị trạng thái như xác định (như phân tích).

– đối với hàm lượng carbon

$$W_{Cd} = W_{Cad} \times \frac{100}{100 - W_{Mad}} \quad (1)$$

– đối với hàm lượng nitơ

$$W_{Nd} = W_{Nad} \times \frac{100}{100 - W_{Mad}} \quad (2)$$

– đối với hàm lượng hydro

$$W_{Hd} = \left(W_{Had} - \frac{W_{Mad}}{8,937} \right) \times \frac{100}{100 - W_{Mad}} \quad (3)$$

trong đó

W_{Cd} là hàm lượng carbon, ở trạng thái khô, tính bằng phần trăm khối lượng;

W_{Cad} là hàm lượng carbon như xác định (như phân tích), tính bằng phần trăm khối lượng;

W_{Nd} là hàm lượng nitơ, ở trạng thái khô, tính bằng phần trăm khối lượng;

TCVN 9816:2013

w_{Nad} là hàm lượng nitơ như xác định (như phân tích), tính bằng phần trăm khối lượng;

w_{Hd} là hàm lượng hydro, ở trạng thái khô, tính bằng phần trăm khối lượng;

w_{Had} là hàm lượng hydro như xác định (như phân tích), tính bằng phần trăm khối lượng;

w_{Mad} là hàm lượng ẩm của mẫu như phân tích, tính bằng phần trăm khối lượng.

10 Độ chính xác

10.1 Độ lặp lại

Kết quả của phép xác định song song, tiến hành tại các thời điểm khác nhau trong cùng phòng thí nghiệm, do cùng một người thực hiện trên cùng thiết bị trên những phần đại diện được lấy từ cùng một mẫu thử, không được chênh lệch lớn hơn các giá trị nêu trong Bảng 3.

10.2 Độ tái lập

Giá trị trung bình của các phép xác định song song tiến hành ở một trong hai phòng thí nghiệm, trên những phần đại diện được lấy từ cùng một mẫu sau giai đoạn cuối của chuẩn bị mẫu, không được chênh lệch lớn hơn các giá trị nêu trong Bảng 3.

Bảng 3 – Các giới hạn độ chính xác

Nguyên tố	Chênh lệch lớn nhất có thể chấp nhận giữa các kết quả (ở trạng thái khô)	
	Giới hạn độ lặp lại, r	Giới hạn độ tái lập, R
Carbon	0,3 % giá trị tuyệt đối	1,0 % giá trị tuyệt đối
Hydro	0,06 % giá trị tuyệt đối	0,25 % giá trị tuyệt đối
Nitơ	0,03 % giá trị tuyệt đối	0,15 % giá trị tuyệt đối

11 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm gồm các thông tin sau

- nhận biết đầy đủ về mẫu đưa thử
- viện dẫn tiêu chuẩn này;
- các kết quả của phép xác định về carbon, hydro và nitơ, cùng với các cơ sở phân tích liên quan (ví dụ ở trạng thái khô, trạng thái khô không tro)

Phụ lục A

(tham khảo)

Khuyến nghị về hiệu chuẩn**A.1 Khuyến nghị về số điểm hiệu chuẩn**

Bảng A.1 khuyến nghị về số điểm hiệu chuẩn đối với hồi quy thông thường.

Bảng A.1 – Khuyến nghị về số điểm hiệu chuẩn đối với hồi quy thông thường

Kiểu hồi quy	Số điểm hiệu chuẩn đã khuyến nghị
Đường tuyến tính	6
Đường bậc hai	7
Đường lũy thừa	7
Đường bậc ba	8

Áp dụng tất cả các dạng hồi quy này để chuẩn hiệu chuẩn thiết bị, khuyến nghị tối thiểu là 8 và phù hợp là 10 điểm hiệu chuẩn.

A.2 Khối lượng hiệu chuẩn khuyến nghị đối với carbon

Bảng A.2 nêu khối lượng chất hiệu chuẩn, tính bằng miligam, yêu cầu để tạo ra cùng số lượng carbon có trong 100 mg mẫu than đưa thử

Bảng A.2 – Khối lượng định cỡ

Chất hiệu chuẩn	Phần trăm carbon trong 100 mg mẫu than đưa thử											
	35%	40%	45%	50%	55%	60%	65%	70%	75%	80%	85%	90%
	Khối lượng chất hiệu chuẩn tính bằng miligam											
EDTA	85	97	110	122	134	146	158	170	183	195	207	219
Phenylalanine	53	61	69	76	84	92	99	107	115	122	130	138
Acetanilide	49	56	63	70	77	84	91	98	106	113	120	127
BBOT	48	55	62	69	76	83	90	97	104	111	118	125

Tính lượng tương đương chất hiệu chuẩn đối với phần mẫu thử, tính bằng miligam để sử dụng đối với mẫu than đã liệt kê trong Bảng A.2 bởi một hệ số CF, đã khuyến cáo cho khối lượng phần mẫu thử tính bằng miligam trên 100 mg.

Ví dụ, nếu khối lượng phần mẫu thử thông thường trong một phòng thí nghiệm là 70 mg, thì CF là 0,7. Mỗi khối lượng chất hiệu chuẩn trong Bảng A.2 được nhân với 0,7 để thu được khối lượng chính xác để hiệu chuẩn.

TCVN 9816:2013

Chọn khối lượng hiệu chuẩn trên cơ sở số lượng các điểm hiệu chuẩn đã quy định trong Bảng A.1 bao gồm dải carbon mong đợi có trong mẫu thử. Có thể chấp nhận để cân bằng khối lượng hiệu chuẩn song song để đáp ứng yêu cầu trong Bảng A.1. Phương pháp này có thể nâng cao độ tin cậy của đường hồi quy.

Bảng A.3 nêu phần trăm hydro tương đương trong than đối với khối lượng chất hiệu chuẩn đã liệt kê trong Bảng A.2

Bảng A.3 – Phần trăm hydro tương đương trong than

Chất hiệu chuẩn	Phần trăm carbon trong 100 mg mẫu than đưa thử											
	35%	40%	45%	50%	55%	60%	65%	70%	75%	80%	85%	90%
	Phần trăm hydro tương đương trong than											
EDTA	4,7	5,4	6,1	6,7	7,4	8,1	8,7	9,4	10,1	10,8	11,4	12,1
Phenylalanine	3,6	4,1	4,6	5,1	5,6	6,2	6,6	7,2	7,7	8,2	8,7	9,3
Acetanilide	3,3	3,8	4,2	4,7	5,2	5,6	6,1	6,6	7,1	7,6	8,1	8,5
BBOT	2,9	3,3	3,8	4,2	4,6	5,1	5,5	5,9	6,3	6,8	7,2	7,6

CHÚ THÍCH: Lượng hydro trong phần lớn than sử dụng cho mục đích tạo ra năng lượng là khoảng từ 4,5 % đến 6,1 % khi hydro trong than ẩm được lấy để tính toán. Cung cấp thông tin này để đánh giá trong việc lựa chọn hiệu chuẩn.

Bảng A.4 nêu phần trăm nitơ tương đương trong than đối với khối lượng chất hiệu chuẩn đã liệt kê trong Bảng A.2

Bảng A.4 – Phần trăm nitơ tương đương trong than

Chất hiệu chuẩn	Phần trăm carbon trong 100 mg mẫu than đưa thử											
	35%	40%	45%	50%	55%	60%	65%	70%	75%	80%	85%	90%
	Phần trăm nitơ tương đương trong than											
EDTA	8,2	9,3	10,6	11,7	12,9	14,0	15,2	16,3	17,6	18,7	19,9	21,0
Phenylalanine	4,5	5,2	5,9	6,5	7,1	7,8	8,4	9,1	9,8	10,4	11,1	11,7
Acetanilide	5,1	5,8	6,6	7,3	8,0	8,7	9,5	10,2	11,0	11,8	12,5	13,2
BBOT	3,1	3,6	4,0	4,5	4,9	5,4	5,9	6,3	6,8	7,2	7,7	8,1

CHÚ THÍCH: Lượng nitơ trong phần lớn của than sử dụng cho mục đích tạo ra năng lượng là khoảng từ 0,5 % đến 1,8 %. Không có chất hiệu chuẩn nào có giá trị phần trăm nitơ tương đương trong dải mong đợi của than. Vì nguyên nhân này, than CRM (xem 5.5) được sử dụng để kiểm tra chấp nhận các kết quả nitơ.

A.3 Kiểm tra hiệu chuẩn

Kiểm tra việc chấp nhận hiệu chuẩn bằng cách xác định hàm lượng carbon, hydro và nitơ của chất tinh khiết (xem 5.4) không sử dụng để hiệu chuẩn (xem điều A.2).

Bảng A.5 liệt kê phần trăm tương đối các kết quả kiểm tra carbon, hydro và nitơ khớp với các giá trị chứng nhận của mẫu kiểm tra.

Nếu kết bất kỳ kết quả kiểm tra nào không ở trong giới hạn đã quy định trong Bảng A.5, thì tiến hành kiểm tra bổ sung với khối lượng chất hiệu chuẩn kiểm tra với số lượng mẫu có cùng hàm

lượng carbon như khối lượng chất hiệu chuẩn đã sử dụng quá mức để hiệu chuẩn (xem Bảng A.2). Nếu chạy kiểm tra bổ sung trong giới hạn đã quy định trong Bảng A.5 thì chấp nhận quy trình phân tích mẫu thử. Nói cách khác, loại bỏ việc hiệu chuẩn cũng như các kết quả của tất cả mẫu thử kiểm tra lại khả năng chấp nhận cuối cùng. Kiểm tra bố trí thiết bị (xem 8.1), tiến hành phân tích mẫu trắng (xem 8.2) và ổn định thiết bị (xem 8.3). Hiệu chuẩn thiết bị phù hợp với điều A.1 và A.2 trước khi tiến hành phân tích.

Bảng A.5 – Giới hạn chấp nhận phần trăm hiệu chuẩn tương đối

Nguyên tố	Giới hạn chấp nhận, phần trăm tương đối (%)
Carbon	1,20
Hydro	2,10
Nitơ	1,80

CHÚ THÍCH: Các giới hạn này được xây dựng từ các dữ liệu hiệu chuẩn được cung cấp bởi 14 phòng thí nghiệm tham gia nghiên cứu giữa các phòng thí nghiệm (ILS) đã sử dụng để chứng nhận tiêu chuẩn này. Dữ liệu hiệu chuẩn bao gồm các kết quả từ các chất tinh khiết đã liệt kê trong 5.4 và năm cấu hình thiết bị chuyển hoá hai pha của ILS thực hiện cách nhau một năm. Các giới hạn này có thể dùng để giải thích các tiêu chí tính năng để hiệu chuẩn tiến hành trong cùng hoặc khác phòng thí nghiệm trong một khoảng thời gian dài.

Bảng A.6 – Ví dụ kiểm tra hiệu chuẩn với EDTA

Thông số	Phần khối lượng chứng nhận, %	Giới hạn tương đối	Giới hạn khối lượng tuyệt đối, %	Kết quả kiểm tra	Chênh lệch phần khối lượng, %
Carbon	41,08	1,20 %	0,49	41,27	0,19
Hydro	5,51	2,10 %	0,12	5,59	0,08
Nitơ	9,60	1,80 %	0,17	9,50	0,11

Vì chênh lệch tuyệt đối giữa kết quả kiểm tra và giá trị được chứng nhận vẫn trong giới hạn tuyệt đối đối với carbon, hydro và nitơ, nên phòng thí nghiệm có thể bắt đầu phân tích các mẫu thử mà không cần hiệu chỉnh lại thiết bị.

A.4 Chấp nhận các kết quả đối với than mẫu chuẩn

A.4.1 Tính các kết quả carbon, hydro và nitơ như xác định ở trạng thái khô phù hợp với Điều 9.

A.4.2 Kiểm tra các kết quả song song ở trạng thái khô đối với carbon, hydro và nitơ trong phạm vi các giới hạn độ lặp lại đã quy định trong Điều 10.

Đối với nitơ, kiểm tra từng kết quả nitơ ở trạng thái khô phù hợp với các giá trị đã chứng nhận trong khoảng 0,11 % khối lượng.

TCVN 9816:2013

CHÚ THÍCH 1: Giới hạn được chấp nhận là 0,11 % nhận được từ chênh lệch lớn nhất độ tái lập đối với nitơ đã viện dẫn trong Điều 10 phù hợp với ISO 5725-6:1994 ("so sánh với giá trị chuẩn đối với một phòng thí nghiệm").

Đối với carbon và hydro, nên ghi kết quả ở trạng thái khô. Mỗi kết quả carbon ở trạng thái khô phải phù hợp với giá trị được chứng nhận ở trạng thái khô trong phạm vi 0,9 % khối lượng. Mỗi kết quả hydro ở trạng thái khô phải phù hợp với giá trị được chứng nhận ở trạng thái khô trong khoảng 0,3 % khối lượng. Cơ quan chứng nhận phải thông báo khi nhiều hơn bảy kết quả ở trạng thái khô liên tiếp đối với carbon, hoặc đối với hydro, hoặc cả carbon và hydro ngoài các giới hạn này. Cơ quan chứng nhận phải cung cấp thời gian mua, thời gian sử dụng và thời gian kết thúc của than CRM.

CHÚ THÍCH 2: So sánh các giới hạn đối với carbon và hydro được cung cấp từ sự chênh lệch lớn nhất của độ tái lập viện dẫn trong Điều 10, phù hợp với điều 4.2.3 của ISO 5725-6:1994 ("so sánh với giá trị chuẩn cho một phòng thí nghiệm").

Nếu hồng bất kỳ tiêu chí chấp nhận nào thì loại bỏ tất cả các kết quả thử, lấy lại các kết quả với mẫu chuẩn được chứng nhận có thể được chấp nhận cuối cùng. Kiểm tra bố trí thiết bị (xem 8.1), tiến hành phân tích mẫu thử trắng (xem 8.2) và ổn định thiết bị (xem 8.3). Hiệu chuẩn thiết bị phù hợp với điều A.1 và A.2 trước khi tiến hành phân tích.

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] TCVN 6910-1 (ISO 5725-1), *Độ chính xác (độ đúng và độ chụm) của phương pháp đo và kết quả đo - Phần 1: Nguyên tắc và định nghĩa chung*
 - [2] TCVN 6910-6 (ISO 5725-6), *Độ chính xác (độ đúng và độ chụm) của phương pháp đo và kết quả đo - Phần 6: Sử dụng các giá trị độ chính xác trong thực tế*
-