TCVN TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 8509:2010
ISO 9647:1989

Xuất bản lần 1

THÉP VÀ GANG - XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG VANADI - PHƯƠNG PHÁP QUANG PHỔ HẤP THỤ NGUYÊN TỬ NGỌN LỬA

Steel and cast iron – Determination of vanadium content – Flame atomic absorption spectrometric method

HÀ NỘI - 2010

Lời nói đầu

TCVN 8509:2010 hoàn toàn tương với ISO 9647:1989.

TCVN 8509:2010 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC 17 *Thép* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Thép và gang – Xác định hàm lượng vanadi – Phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa

Steel and cast iron – Determination of vanadium content – Flame atomic absorption spectrometric method

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định một phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa để xác định hàm lượng vanadi trong thép và gang.

Phương pháp này áp dụng cho hàm lượng vanadi trong phạm vi 0,005% (khối lượng) đến 1,0 % (khối lượng), với điều kiện là lượng vonfram trong khối lượng mẫu phân tích không lớn hơn 10 mg hoặc lượng titan không lớn hơn 5mg.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu dưới đây là rất cần thiết đối với việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với tài liệu có ghi năm công bố, áp dụng phiên bản được nêu. Đối với tài liệu không có năm công bố, áp dụng phiên bản mới nhất kể cả các sửa đổi, nếu có.

TCVN 1811:2008 (ISO 14284:1996) , *Thép và gang – Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu để xác định thành phần hoá học.*

TCVN 6910 (ISO 5725), *Độ chính xác (độ đúng và độ chụm) của phương pháp đo và kết quả.*

TCVN 7149 (ISO 385), *Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh - Buret.*

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.*

3 Nguyên tắc

Hoà tan khối lượng mẫu phân tích trong các axit clohydric, nitric và pecloric.

Thêm vào dung dịch nhôm như chất đệm hoá phổ.

Phun dung dịch vào ngọn lửa axetylen-dinitơ monoxyt.

Đo quang phổ hấp thụ nguyên tử tại vạch phổ 318,4 nm do đèn catod vanadi rỗng phát ra.

4 Thuốc thử

Trong qúa trình phân tích, nếu không có thoả thuận nào khác, thì chỉ sử dụng thuốc thử được chứng nhận tinh khiết phân tích và chỉ sử dụng nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

4.1 Sắt tinh khiết, có hàm lượng vanadi nhỏ hơn 0,0005% (khối lượng) hoặc hàm lượng vanadi thấp đã biết.

4.2 Axit clohydric, ρ = 1,19 g/ml;

4.3 Axit nitric, ρ = 1,40 g/ml;

4.4 Axit pecloric, ρ = 1,67 g/ml;

4.5 Axit clohydric, ρ = 1,19 g/ml, dung dịch pha loãng 1 + 50;

4.6 Nhôm, dung dịch 20 g/l;

Hòa tan 90 g nhôm clorua ngậm 6 phân tử nước ($AlCl_3.6H_2O$) vào trong phạm vi 300 ml nước, thêm 5 ml axit clohydric (4.2), pha loãng bằng nước đến 500 ml và lắc kỹ.

4.7 Vanadi, dung dịch tiêu chuẩn.

4.7.1 Dung dịch gốc, tương ứng với 2 g V trên lit.

4.7.1.1 Pha chế từ vanadi kim loại

Dùng cân có độ chính xác 0,001 g, cân 1,000 g vanadi có độ tinh khiết cao (độ tinh khiết > 99,9% (khối lượng)) và hoà tan trong 30 ml nước cường toan [trộn đều 3 thể tích axit clohydric (4.2) và một thể tích axit nitric (4.3)].

Đun cho bay hơi đến khi gần khô và thêm vào 20 ml axit clohydric (4.2). Làm nguội và chuyển vào bình định mức 500 ml, pha loãng bằng nước đến vạch và lắc kỹ.

1 ml dung dịch này chứa 2 mg V.

4.7.1.2 Pha chế từ amoni metavanadat.

Sấy khô một vài gam amoni metavanadat (NH_4VO_3) [độ tinh khiết > 99,9% (khối lượng)] trong một tủ sấy không khí ở nhiệt độ 100 °C đến 105 °C (xem chú thích) trong ít nhất 1 h và làm nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng. Cân 2,296 g sản phẩm đã sấy khô chuyển vào cốc 600 ml, cho vào 400

ml nước nóng và đun nhẹ đến sôi cho tan. Làm nguội dung dịch, chuyển dung dịch vào bình định mức 500 ml, pha loãng bằng nước đến vạch và lắc kỹ.

1 ml dung dịch này chứa 2 mg V.

CHÚ THÍCH: Nếu nhiệt độ sấy vượt quá 110 °C sẽ làm phân huỷ amoni metavanadat. Phải giữ nghiêm ngặt nhiệt độ sấy quy định.

4.7.2 Dung dịch tiêu chuẩn, tương ứng 0,08 g V trên lit

Chuyển 10,0 ml dung dịch gốc (4.7.1) vào bình định mức 250 ml, pha loãng bằng nước đến vạch và lắc kỹ. Pha chế dung dịch tiêu chuẩn ngay trước khi dùng.

1 ml dung dịch tiêu chuẩn này chứa 0,08 mg V.

5 Thiết bị, dụng cụ

Dụng cụ thông dụng của phòng thí nghiệm, và

5.1 Máy quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa

Có đèn catod vanadi rỗng, có nguồn cấp dinitơ monoxit và axetilen hoàn toàn tinh khiết để có ngọn lửa hình lông vũ màu đỏ trong sáng bền vững, không lẫn nước và dầu cũng như không có vanadi.

Máy quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa sử dụng được coi là thoả mãn yêu cầu nếu sau khi tối ưu hoá theo 7.3.4, giới hạn phát hiện và nồng độ đặc trưng hoàn toàn phù hợp với các giá trị do nhà sản xuất nêu ra, nếu nó đáp ứng các chỉ tiêu về độ chính xác nêu trong 5.1.1 và 5.1.3.

Ngoài ra thiết bị phải tuân theo yêu cầu hiệu suất bổ sung đưa ra trong 5.1.4.

5.1.1 Độ chính xác nhỏ nhất (xem C.1)

Tính toán độ lệch tiêu chuẩn của mười phép đo độ hấp thụ của dung dịch tiêu chuẩn có nồng độ cao nhất. Độ lệch tiêu chuẩn không được vượt quá 1 % (khối lượng) độ hấp thụ trung bình.

Tính toán độ lệch tiêu chuẩn của mười phép đo độ hấp thụ với dung dịch tiêu chuẩn có nồng độ nhỏ nhất (không tính mẫu chuẩn "không"). Độ lệch tiêu chuẩn không được vượt quá 0,5 % (khối lượng) của độ hấp thụ trung bình của dung dịch tiêu chuẩn có nồng độ cao nhất.

5.1.2 Giới hạn phát hiện (xem C.2)

Giới hạn phát hiện được định nghĩa là hai lần độ lệch tiêu chuẩn của 10 lần đo độ hấp thụ dung dịch chứa nguyên tố thích hợp với một mức nồng độ đã chọn để tạo ra một độ hấp thụ ở ngay phía trên độ hấp thụ của mẫu chuẩn "không".

Giới hạn phát hiện của vanadi trong một nền tương tự như dung dịch mẫu phân tích cuối phải tốt hơn so với 0,3 µg V trên mililit.

5.1.3 Độ tuyến tính của đồ thị (xem C.3)

Độ dốc của đường chuẩn gồm 20% (khối lượng) loạt nồng độ phía trên (biểu thị sự biến thiên đổi sang độ hấp thụ) không được nhỏ hơn 0,7 lần giá trị độ dốc của 20 % (khối lượng) loạt nồng độ phia dưới (biểu thị sự biến thiên sang độ hấp thụ) được xác định theo cùng phương pháp.

Đối với thiết bị được chuẩn hoá tự động sử dụng 2 hoặc nhiều mẫu tiêu chuẩn, nó phải được thiết lập trước khi tiến hành phân tích bằng việc nhận được số đo độ hấp thụ, sao cho thoả mãn các yêu cầu về độ tuyến tính của đồ thị.

5.1.4 Nồng độ đặc trưng (xem C.4)

Nồng độ đặc trưng đối với vanadi trong một nền tương tự như dung dịch mẫu phân tích cuối cùng phải tốt hơn so với 1 µg V trên mililit.

5.2 Thiết bị phụ trợ

Cần thiết trang bị một máy vẽ giản đồ hoặc thiết bị màn hình hiện số để đánh giá các chỉ tiêu trong 5.1.1 và 5.1.3 và cho tất cả các phép đo tiếp theo.

Thang đo mở rộng có thể được sử dụng cho tới khi độ nhiễu quan sát thấy lớn hơn so với sai số đọc được và thường xuyên khuyến nghị nhỏ hơn 0,1 đối với độ hấp thụ. Nếu thang đo mở rộng cần được sử dụng và máy không có phương tiện đọc các trị số của hệ số thang đo mở rộng, trị số đó có thể được tính toán bằng cách đo một dung dịch phù hợp với hoặc không thang đo mở rộng và chia dễ dàng cho tín hiệu nhận được.

6 Lấy mẫu

Tiến hành lấy mẫu thép và gang phù hợp với TCVN 1811 (ISO 14284) .

7 Cách tiến hành

CẢNH BÁO: Hơi axit pecloric có thể gây nổ khi có mặt của hơi amoniac, khói nitơrơ hay chất hữu cơ nói chung.

7.1 Khối lượng mẫu phân tích

Cân chính xác khối lượng phù hợp với hàm lượng vanadi dự tính như sau:

a) Hàm lượng vanadi từ 0,005 % (khối lượng) đến dưới 0,2 % (khối lượng), một khối lượng mẫu 1,0 g, độ chính xác 0,001 g.

b) Hàm lượng vanadi từ 0,2 % (khối lượng) đến 1,0 % (khối lượng), một khối lượng mẫu 0,20 g, độ chính xác 0,000 2 g.

7.2 Thí nghiệm trắng

Tiến hành thí nghiệm trắng song song và lần lượt theo cùng một cách thức với việc xác định mẫu phân tích, sử dụng cùng những số lượng với tất cả các thuốc thử kể cả sắt tinh khiết (4.1).

7.3 Tiến hành xác định

7.3.1 Chuẩn bị dung dịch mẫu phân tích

Chuyển khối lượng mẫu phân tích (7.1) vào cốc 250 ml. Thêm vào 10,0 ml axit clohydric (4.2) và 4 ml axit nitric (4.3) và đậy cốc bằng mặt kính đồng hồ. Sau khi ngừng sủi bọt, thêm 10 ml axit pecloric (4.4) và bốc hơi dung dịch cho đến khi nhìn thấy khói axit pecloric, lấy mặt kính đồng hồ ra và bốc hơi cho tới khi không còn khói trong cốc bay ra..

Để cho nguội, thêm vào 10 ml axit clohydric (4.2) và 20 ml nước, đun nhẹ cho tan muối. Lọc qua giấy lọc định lượng chảy trung bình vào một bình định mức 100 ml. Rửa bằng axit clohydric (4.5) nóng và hứng dung dịch rửa đó vào bình. Làm nguội, thêm 10,0 ml dung dịch nhôm (4.6), pha loãng bằng nước đến vạch và lắc kỹ.

7.3.2 Chuẩn bị dung dịch tiêu chuẩn

7.3.2.1 Hàm lượng vanadi <0,2 % (khối lượng)

Cho (1,00 ± 0,01) g sắt tinh khiết (4.1) vào trong một loạt gồm 7 cốc 250 ml, thêm 10 ml axit clohydric (4.2) và 4 ml axit nitric (4.3) cho từng cốc và đậy cốc bằng mặt kính đồng hồ. Sau khi ngừng sủi bọt, làm nguội, tiếp đó dùng buret cho vào những thể tích dung dịch tiêu chuẩn vanadi tương ứng (4.7.2) như được nêu trong Bảng 1.

Bảng 1

Thể tích dung dịch tiêu chuẩn vanadi (4.7.2) ml	**Khối lượng vanadi tương ứng** mg
0*)	0
2,5	0,20
5,0	0,40
10,0	0,80
15,0	1,20
20,0	1,60
25,0	2,00
*) Mẫu chuẩn "không"	

Thực hiện như đã nêu trong 7.3.1 từ "thêm 10 ml axit pecloric (4.4)..." (câu thứ hai của đoạn thứ nhất) cho đến hết.

7.3.2.2 Hàm lượng vanadi trong phạm vi 0,2 % (khối lượng) và 1,0 % (khối lượng)

Cho (0,20 ± 0,01) g sắt tinh khiết (4.1) vào trong một loạt gồm 7 cốc 250 ml, thêm 10 ml axit clohydric (4.2) và 4 ml axit nitric (4.3) vào từng cốc và đậy chúng bằng mặt kính đồng hồ. Sau khi ngừng sủi bọt, làm nguội, tiếp đó dùng buret cho vào những thể tích dung dịchtiêu chuẩn vanadi tương ứng (4.7.2) như được nêu trong Bảng 1. Thực hiện như đã nêu trong 7.3.1 từ "thêm 10 ml axit pecloric (4.4)..." (câu thứ hai của đoạn thứ nhất) cho đến hết.

7.3.3 Điều chỉnh máy quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa

Kiểu đèn	Cathod rỗng vanadi
Bước sóng	318,4 nm
Ngọn lửa	Ngọn lửa hình lông vũ màu đỏ axetilen- dinitơ monoxyt, được điều chỉnh để có độ nhạy vanadi lớn nhất
Dòng điện cho đèn	Theo khuyến nghị của nhà sản xuất
Độ rộng dải phổ	Theo khuyến nghị của nhà sản xuất

CHÚ THÍCH: Những đề xuất của nhà chế tạo thiết bị cần được thực hiện chặt chẽ và đặc biệt chú ý là những điểm an toàn sau đây:

a, Bản chất gây nổ của khí axetilen, những quy định liên quan đến việc sử dụng nó.

b, Cần thiết phải che chắn mắt của nhân viên vận hành khỏi bức xạ cực tím bằng kính màu.

c, Cần phải giữ đầu mỏ đốt sạch không có vảy cặn vì mỏ đốt bị bít kín có thể gây nên cháy nổ.

d, Phải đảm bảo ống đo khí áp kế luôn có nước.

7.3.4 Tối ưu hoá máy quang phổ hấp thụ nguyên tử nguyên tử

Sau đây là những hướng dẫn của nhà sản xuất cho việc đưa thiết bị vào sử dụng.

Khi cường độ dòng điện đèn, bước sóng và tốc độ dòng khí đã được điều chỉnh cũng như mỏ đốt đã thắp sáng, tiến hành phun nước cho tới khi các chỉ số trở nên ổn định.

Dùng mẫu chuẩn "không" (7.3.2) điều chỉnh trị số hấp thụ về 0.

Lựa chọn cách bố trí nén hoặc thời gian tích phân để có tín hiệu tương đối ổn định nhằm thoả mãn các yêu cầu về độ chính xác nêu trong 5.1.1 đến 5.1.3.

Điều chỉnh ngọn lửa có dạng lông vũ màu đỏ và chiều cao quan sát trong ngọn lửa phạm vi 20 mm. Phun xen kẽ các dung dịch chuẩn với nồng độ cao nhất và mẫu chuẩn "không", điều chỉnh tốc độ dòng khí và vị trí mỏ đốt (ngang, đứng hoặc quay) cho đến khi hiệu số giữa độ hấp thụ giữa các dung

dịch chuẩn này là lớn nhất. Hãy kiểm tra để máy có được sự lắp đặt chuẩn xác so với bước sóng yêu cầu.

Đánh giá theo chỉ tiêu 5.1.1 đến 5.1.3 và yêu cầu bổ sung tính hiệu quả 5.1.4 để đảm bảo được rằng thiết bị thích hợp cho phân tích.

7.3.5 Phép đo phổ

Điều chỉnh thang đo mở rộng sao cho dung dịch tiêu chuẩn có nồng độ lớn nhất đạt độ lệch gần hết thang đo. Phun các dung dịch tiêu chuẩn liên tiếp theo thứ tự tăng dần cho đến khi từng dung dịch đạt độ chính xác quy định, theo cách đó mới chứng tỏ được thiết bị đã đạt được tính ổn định. Chọn hai dung dịch tiêu chuẩn, một có độ hấp thụ nhỏ hơn ngay dưới so với dung dịch mẫu phân tích và một cao hơn ngay trên. Phun những dung dịch này trước tiên theo thứ tự tăng dần, sau đó theo thứ tự giảm dần,cùng với dung dịch mẫu phân tích được coi như dung dịch trung gian, trong từng trường hợp đo độ hấp thụ so với nước. Phun toàn bộ dãy dung dịch tiêu chuẩn một lần nữa (xem chú thích).

Cần lưu ý là các phương pháp này không thể thực hiện tiếp với thiết bị tự động mà thiết bị này chỉ chấp nhận hai dung dịch tiêu chuẩn. Trong trường hợp này có một đề xuất là hai dung dịch "xen giữa" không được sử dụng như tiêu chuẩn đầu nhưng chúng phải được phân tích xen kẽ với dung dịch mẫu phân tích.

Phun dung dịch tiêu chuẩn ở những phạm vi thời gian liên tục trong suốt quá trình đo của một đợt phân tích. Phải làm sạch mỏ đốt nếu kết quả có biểu hiện mất độ chính xác do bị tắc bẩn.

Ghi kết quả độ hấp thụ của từng dung dịch tiêu chuẩn.

Ghi kết quả độ hấp thụ của dung dịch mẫu phân tích và độ hấp thụ trung bình của thí nghiệm trắng.

Dùng đồ thị chuẩn (7.4), chuyển đổi độ hấp thụ của dung dịch mẫu phân tích và thí nghiệm trắng sang microgram V trên mililit.

CHÚ THÍCH: Phải chú ý đến an toàn sau đây khi sử dụng axit pecloric:

a) Phun tất cả các dung dịch trong thời gian thực hiện ngắn nhất;

b) Luôn luôn phun nước cất giữa các lượt phun dung dịch phân tích, dung dịch thí nghiệm trắng hoặc dung dịch tiêu chuẩn. Hạn chế tới mức thấp nhất phun không khí.

c) Thường xuyên làm sạch mỏ đốt, không bao giờ để mỏ đốt bị tắc và thường xuyên rửa kỹ trong ngoài mỏ đốt.

Phải bảo đảm các vật che chắn an toàn đúng vị trí và quần áo đúng quy chuẩn có thiết bị bảo vệ tai và kính an toàn.

7.4 Vẽ đồ thị chuẩn

Cần thiết phải vẽ đường chuẩn mới cho từng loạt mẫu phân tích hay đối với một phạm vi hàm lượng vanadi dự tính.

Mẫu chuẩn "không" phải có độ hấp thụ nhỏ không đáng kể nếu sử dụng các kim loại và thuốc thử tinh khiết. Trong trường hợp này, xây dựng đồ thị chuẩn bằng cách vẽ các kết quả độ hấp thụ trung bình

của các dung dịch tiêu chuẩn so với hàm lượng vanadi biểu thị bằng microgram V trên mililit. Xem xét độ hấp thụ trung bình của dung dịch phân tích và độ hấp thụ của hai dung dịch tiêu chuẩn liền kề so với đồ thị.

Tuy nhiên, nếu mẫu chuẩn "không" có một độ hấp thụ đáng kể, yêu cầu một phương pháp phức tạp hơn. Trong trường hợp này nồng độ vanadi ρ_z trong mẫu chuẩn "không" được tính theo công thức sau:

$$\rho_z = \rho_{C1} \times \frac{A_z}{A_{C1} - A_z}$$

Trong đó:

ρ_{C1} là nồng độ vanadi, biểu thị ra microgram trên mililit, thêm vào dung dịch tiêu chuẩn đầu tiên;

A_z là độ hấp thụ của mẫu chuẩn "không";

A_{C1} là độ hấp thụ của dung dịch chuẩn đầu tiên.

Trị số ρ_z có được sau đó thêm vào cho từng nồng độ tiêu chuẩn biểu kiến để nhận được đồ thị tiêu chuẩn trung bình chạy qua gốc toạ độ. Xem xét độ hấp thụ của dung dịch thí nghiệm trắng, dung dịch phân tích và của hai dung dịch tiêu chuẩn liền kề so với đồ thị này. Lấy các nồng độ khác trừ đi nồng độ của dung dịch thí nghiệm trắng.

Xây dựng đồ thị chuẩn bằng cách vẽ các kết quả độ hấp thụ trung bình của các dung dịch tiêu chuẩn so với hàm lượng vannadi biểu thị bằng microgram V trên mililit. Xem xét độ hấp thụ trung bình của dung dịch phân tích và độ hấp thụ của hai dung dịch tiêu chuẩn liền kề so với đồ thị. Nếu số ghi của hai dung dịch tiêu chuẩn này so với đồ thị không sai lệch nhiều hơn chỉ tiêu cho phép về độ chính xác thì khi đó số ghi của dung dịch mẫu phân tích được chấp nhận.

8 Tính toán kết quả

8.1 Phương pháp tính

Tính hàm lượng vanadi (V), biểu thị bằng phần trăm theo khối lượng w_V (% (khối lượng)), bằng công thức sau:

$$w_V\,(\%) = \frac{(\rho_0 - \rho_1) \times 100}{10^6} \times \frac{100}{m} + C$$

$$= \frac{(\rho_0 - \rho_1)}{100\,m} + C$$

Trong đó:

ρ_0 là nồng độ vanadi trong dung dịch mẫu phân tích thu được từ đồ thị chuẩn (7.4), tính bằng microgram trên mililit;

ρ_1 là nồng độ vanadi trong thí nghiệm trắng, tính bằng microgram trên mililit;

C là hàm lượng vanadi trong sắt dùng trong thí nghiệm trắng, biểu thị bằng phần trăm khối lượng;

m là khối lượng của khối lượng mẫu phân tích, tính bằng gam.

8.2 Độ chụm

Việc kiểm tra độ chụm của phương pháp này được 23 phòng thí nghiệm thực hiện, ở bảy mức vanadi, mỗi một phòng thí nghiệm phân tích ba kết quả (xem chú thích 1 và 2) cho từng mức hàm lượng vanadi.

Các mẫu phân tích sử dụng được nêu trong Bảng A.1.

Kết quả được xử lý bằng phương pháp thống kê phù hợp với TCVN 6910 (ISO 5725).

Các dữ liệu nhận được cho thấy có sự tương quan logarit giữa hàm lượng vanadi và độ lặp lại *r* và độ tái lập (R và R_w) của kết quả phân tích(xem Chú thích 3) như được tóm tắt trong Bảng 3. Biểu diễn bằng đồ thị các dữ liệu có trong Phụ lục B.

CHÚ THÍCH :

1. Hai trong ba kết quả xác định được tiến hành trong điều kiện độ lặp lại như đã định rõ trong TCVN 6910 (ISO 5725), nghĩa là một người vận hành, cùng dụng cụ, điều kiện vận hành giống hệt nhau, cùng mẫu chuẩn và phạm vi thời gian ngắn nhất.

2. Kết quả thứ ba được tiến hành trong một thời gian khác (ngày khác) do cùng một người vận hành như trong Chú thích 1, dùng cùng dụng cụ với đường chuẩn mới.

3 Sử dụng phương pháp quy định trong TCVN 6910 (ISO 5725) tính được giới hạn độ lặp lại *(r)* và giới hạn độ tái lập *(R)* từ các kết quả của ngày 1. Sử dụng phương pháp quy định trong TCVN 6910 (ISO 5725) tính được giới hạn của độ tái lập (R_W) trong phạm vi phòng thí nghiệm từ kết quả đầu tiên trong ngày 1 và kết quả có được trong ngày 2.

Bảng 3

Hàm lượng vanadi	Độ lặp lại	Độ tái lập	
% (khối lượng)	r	R	R_w
0,005	0,000 5	0,001 6	0,001 5
0,010	0,000 8	0,002 4	0,002 2
0,020	0,001 4	0,003 7	0,003 1
0,050	0,002 7	0,006 4	0,005 0
0,100	0,004 6	0,009 9	0,007 1
0,200	0,007 9	0,015 1	0,010 2
0,500	0,015 8	0,026 4	0,016 2
1,000	0,026 8	0,040 4	0,023 1

9 Báo cáo thử

Báo cáo thử phải bao gồm các nội dung sau:

a) Tất cả thông tin cần thiết cho việc phân biệt được mẫu, phòng thí nghiệm và ngày tháng phân tích;

b) Phương pháp được sử dụng viện dẫn tiêu chuẩn này;

c) Kết quả và hình thức chúng được biểu thị;

d) Những nét đặc biệt khác thường được ghi lại trong quá trình xác định;

e) Mọi cách thao tác không được quy định trong tiêu chuẩn này hoặc mọi cách thao tác tùy ý có ảnh hưởng đến kết quả phân tích.

Phụ lục A

(Tham khảo)

Thông tin bổ sung về các thử nghiệm có sự hợp tác quốc tế

Bảng 2 được lấy từ kết quả của các thử nghiệm quốc tế được tiến hành trong năm 1985 trên sáu mẫu thép và một mẫu gang thỏi ở 10 quốc gia do 23 phòng thí nghiệm thực hiện.

Kết quả phân tích được báo cáo trong tài liệu 17/1N 646, tháng 3 năm 1986. Đồ thị biểu diễn dữ liệu về độ chụm được nêu trong Phụ lục B.

Các mẫu phân tích sử dụng được nêu trong Bảng A.1.

Bảng A.1

Mẫu	Hàm lượng vanadi % (khối lượng)		
	Công nhận	Tìm được	
		$\overline{w}_1$	$\overline{w}_2$
JSS 113-2 (Gang thỏi)	0,007	0,007 2	0,006 9
JSS 516-4 (Thép hợp kim thấp)	0,010	0,009 8	0,009 8
JSS 652-7 (Thép không gỉ)	0,038*)	0,038 0	0,037 8
JSS 152-8 (Thép hợp kim thấp)	0,10	0,106	0,106
JSS 153-7 (Thép hợp kim thấp)	0,21	0,215	0,214
JSS 604-7 (Thép dụng cụ)	0,51	0,516	0,516
CMIEC CE 056 (Thép hợp kim thấp)	0,75	0,748	0,751

*): Kết quả chưa được công nhận.

$\overline{w}_1$: Trung bình đại diện trong phạm vi một ngày

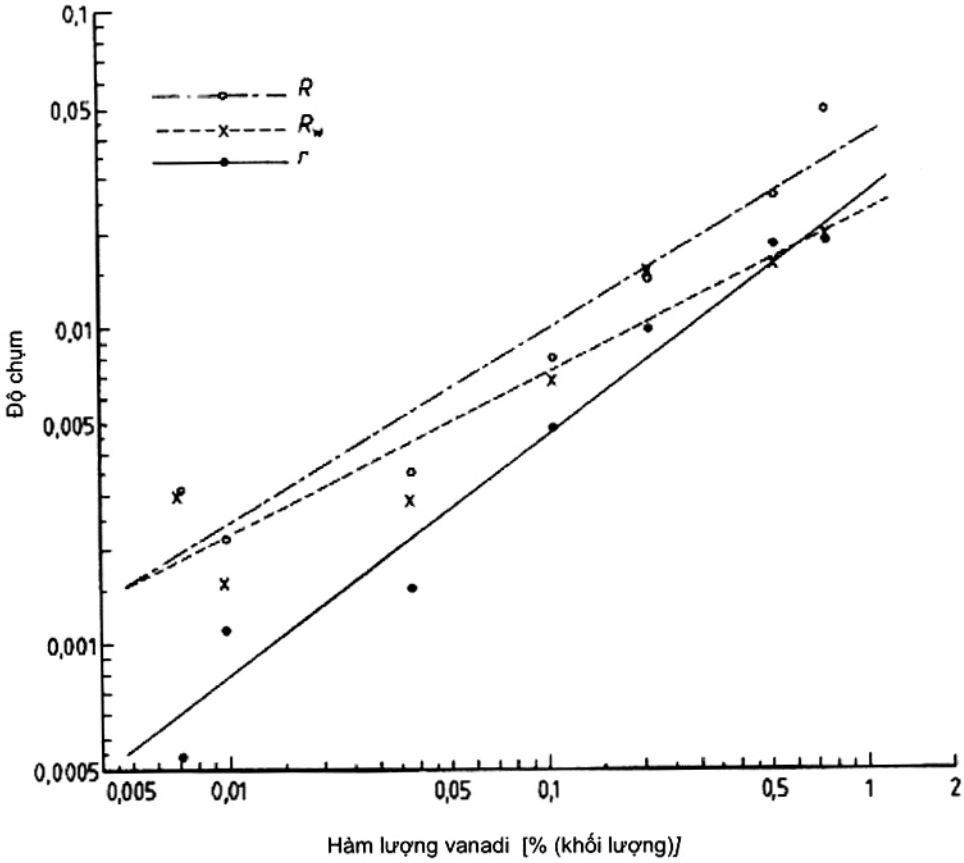
$\overline{w}_2$: Trung bình đại diện giữa các ngày

CMIEC: Tiêu chuẩn hoá học do Công ty Xuất & Nhập khẩu Luyện kim Trung quốc sản xuất.

Phụ lục B

(Tham khảo)

Đồ thị biểu diễn các dữ liệu về độ chụm



Hình B.1 – Mối tương quan logarit giữa hàm lượng vanadi (% (khối lượng)) **và độ lặp lại *r*, hoặc độ tái lập, *R* và R_w**

Phụ lục C

(Tham khảo)

Phương pháp dùng để xác định tiêu chuẩn thiết bị

C.1 Xác định độ chính xác nhỏ nhất

Phun dung dịch tiêu chuẩn có nồng độ cao nhất 10 lần để có được 10 độ hấp thụ riêng rẽ A_{Ai} và tính giá trị trung bình $\overline{A}_A$.

Phun dung dịch tiêu chuẩn có nồng độ thấp nhất (không kể mẫu chuẩn "không") 10 lần để có được 10 độ hấp thụ riêng rẽ A_{Bi} và tính giá trị trung bình $\overline{A}_B$.

Độ lệch tiêu chuẩn S_A và S_B của dung dịch tiêu chuẩn có nồng độ cao nhất và thấp nhất tương ứng tính được từ:

$$s_A = \sqrt{\frac{\sum(A_{Ai} - \overline{A}_A)^2}{9}}$$

$$s_B = \sqrt{\frac{\sum(A_{Bi} - \overline{A}_B)^2}{9}}$$

Độ độ chính xác nhỏ nhất dung dịch tiêu chuẩn có nồng độ cao nhất và thấp nhất thu được từ S_A x $100/\overline{A}_A$ và tương ứng S_B x $100/\overline{A}_B$

C.2 Xác định giới hạn phát hiện, ρ_{min}

Điều chế 2 dung dịch, từng dung dịch chứa cùng nồng độ nền như dung dịch mẫu, nhưng với nguyên tố quan tâm tại những nồng độ biết trước sau đây.

- ρ' µg/ml để có độ hấp thụ A' với độ gần đúng 0,01;

- Nền trắng để có độ hấp thụ A_0.

Phun dung dịch ρ' và dung dịch thí nghiệm trắng 10 lần mỗi loại, ghi lại số đo của mỗi lần trong 10 s và sử dụng thang đo mở rộng đủ để tạo nên sự biến thiên tín hiệu quan sát được một cách rõ ràng.

Nhận được độ hấp thụ trung bình A' và A_0 .

Sai lệch tiêu chuẩn S'_A được tính theo công thức:

$$s_{A'} = \sqrt{\frac{\sum(A'_i - \overline{A}')^2}{9}}$$

Trong đó:

$A_i^{'}$ là số ghi độ hấp thụ riêng rẽ đo được;

$A^{'}$ là giá trị trung bình của $A_i^{'}$

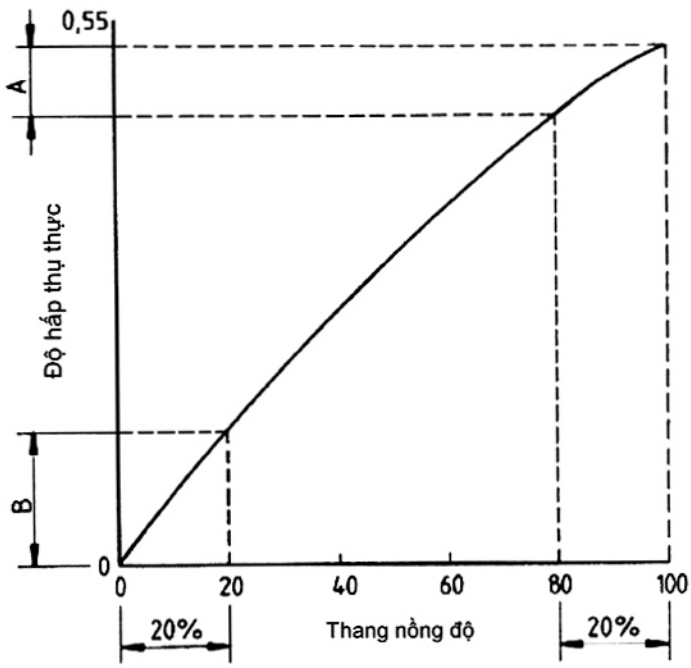
Giới hạn phát hiện ρ_{min} được tính theo công thức:

$$\rho_{min} = \frac{\rho' \times s_{A'} \times k}{\overline{A}' - \overline{A}_0}$$

(k thường được lấy bằng 2)

C.3 Tiêu chuẩn đối với độ tuyến tính của đồ thị

Thiết lập đồ thị tiêu chuẩn, trước khi sử dụng bất cứ một dụng cụ chiếu dọi từ đường cong, để tìm giá trị thực độ hấp thụ A tương ứng với 20 % phía trên dãy nồng độ và giá trị thực của độ hấp thụ B tương ứng với 20 % phía dưới dãy nồng độ. Tính toán A/B. Tỷ số này không được nhỏ hơn 0,7.



Hình C.1

C.4 Xác định nồng độ đặc trưng, ρ_k

Pha chế dung dịch có chứa cùng nồng độ nền như dung dịch mẫu nhưng có nguyên tố cần tìm ở nồng độ đã biết sau đây:

ρ µg/ml để có được độ hấp thụ A phạm vi 0,1.

Phun dung dịch có ρ và dung dịch thí nghiệm trắng không dùng thang đo mở rộng và tiến hành đo độ hấp thụ A và A_0. .Nồng độ đặc trưng ρ_k được tính theo công thức:

$$\rho_k = \frac{\rho \times 0{,}0044}{A - A_0}$$

CHÚ THÍCH: Đối với việc chuẩn bị các phương pháp phân tích tiêu chuẩn sử dụng máy quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa, các chỉ số này phải do nhóm công tác có trách nhiệm quyết định từ kết quả của các phòng thí nghiệm quốc tế.