

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 8013-1 : 2009

ISO 2598-1 : 1992

Xuất bản lần 1

**QUẶNG SẮT – XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG SILIC –
PHẦN 1: PHƯƠNG PHÁP KHỐI LƯỢNG**

*Iron ores – Determination of silicon content –
Part 1: Gravimetric methods*

HÀ NỘI – 2009

Lời nói đầu

TCVN 8013-1 : 2009 hoàn toàn tương đương với ISO 2598-1 : 1992.

TCVN 8013-1 : 2009 do Tiểu ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC102/SC2 Quặng sắt – Phân tích hoá học biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Bộ tiêu chuẩn TCVN 8013 (ISO 2598) Quặng sắt – Xác định hàm lượng silic, gồm có các phần sau:

- Phần 1: Phương pháp khối lượng
- Phần 2: Phương pháp đo màu sau khi khử molybdosilicat

Quặng sắt – Xác định hàm lượng silic – Phần 1: Phương pháp khối lượng

*Iron ores – Determination of silicon content –
Part 1: Gravimetric methods*

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định hai phương pháp khối lượng để xác định hàm lượng silic trong quặng sắt.

Các phương pháp này có những hạn chế trong việc áp dụng đối với hàm lượng silic từ 1 % (khối lượng) đến 15 % (khối lượng) trong quặng sắt nguyên khai, tinh quặng và sắt kết khối, kể cả các sản phẩm thiêu kết.

Phương pháp 1 không áp dụng cho quặng sắt có hàm lượng các chất khử lớn hơn 2 % (khối lượng) ví dụ pyrit, hoặc quặng hàm lượng flo lớn hơn 0,1 % (khối lượng). Phương pháp này khuyến khích áp dụng đối với quặng phẩm cấp thấp có hàm lượng các nguyên tố lưỡng tính cao.

Phương pháp 2 có thể áp dụng cho quặng có hàm lượng flo lớn hơn 0,1 % (khối lượng). Phương pháp này khuyến khích áp dụng cho quặng phẩm cấp cao có hàm lượng đá thải thấp.

CHÚ THÍCH 1 Đối với quặng có hàm lượng silic nhỏ hơn 5 % (khối lượng), phương pháp quy định trong tiêu chuẩn TCVN 8013-2 : 2009 (ISO 2598-2 : 1992), *Quặng sắt – Xác định hàm lượng silic – Phần 2: Phương pháp đo màu sau khi khử molybdosilicat* là phù hợp.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau là cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi (nếu có).

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

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.

ISO 2596 Iron ores – Determination of hygroscopic moisture in analytical sample – Gravimetric, Karl Fischer and mass-loss methods (Quặng sắt – Xác định độ hút ẩm trong mẫu phân tích – Phương pháp khối lượng, phương pháp Karl Fischer và phương pháp hao hụt khối lượng).

TCVN 8013-1 : 2009

ISO 3082¹ Iron ores – Sampling and sample preparation procedures (Quặng sắt – Quy trình lấy mẫu và chuẩn bị mẫu).

3 Nguyên tắc

Phân hủy phần mẫu thử bằng phương pháp 1 hoặc phương pháp 2.

Phương pháp 1: Phân hủy phần mẫu thử bằng cách thiêu kết với natri peroxit, sau đó xử lý với axit clohydric và axit percloric, hoặc

Phương pháp 2: Phân hủy phần mẫu thử bằng cách xử lý với axit clohydric, axit nitric và axit percloric (nếu cần thiết, xử lý với axit boric) và để bay hơi đến khi bốc khói axit percloric. Lọc silic oxit và cặn, nung chảy với natri cacbonat và hòa tan trong axit clohydric và axit percloric.

Làm bay hơi dung dịch lấy từ phương pháp 1 hoặc phương pháp 2 đến khi bốc khói axit percloric và lọc kết tủa silic oxit. Nung silic oxit tạt chất và cân. Xử lý phần cặn đã nung bằng axit flohydric và axit sulfuric, sau đó nung và cân lại.

4 Thuốc thử

Trong quá trình phân tích, chỉ sử dụng thuốc thử loại tinh khiết phân tích và chỉ dùng nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

4.1 Natri peroxit (Na_2O_2), bột.

4.2 Axit boric (H_3BO_3)

Sử dụng như trong Chú thích 7.

4.3 Natri cacbonat (Na_2CO_3), khan.

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

4.5 Axit clohydric, ρ từ 1,16 g/ml đến 1,19 g/ml, pha loãng 1 + 1.

4.6 Axit clohydric, ρ từ 1,16 g/ml đến 1,19 g/ml, pha loãng 1 + 9.

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

4.8 Axit sulfuric, ρ 1,84 g/ml, pha loãng 1 + 1.

4.9 Axit sulfuric, ρ 1,84 g/ml, pha loãng 1 + 9.

4.10 Axit flohydric, ρ 1,13 g/ml, [40 % (khối lượng)], hoặc ρ 1,19 g/ml, [48 % (khối lượng)].

4.11 Axit nitric, ρ 1,4 g/ml.

¹ ISO 3082 : 2000 thay thế ISO 3081 : 1986, ISO 3082 : 1987 và ISO 3083 : 1986.

5 Thiết bị, dụng cụ

Thiết bị phòng thí nghiệm thông thường, bao gồm pipet một mức, bình định mức phù hợp với các quy định trong TCVN 7151 (ISO 648) và TCVN 7153 (ISO 1042), (trừ khi có chỉ định khác), và các thiết bị, dụng cụ sau.

5.1 Chén niken, zircon, hoặc cacbon thủy tinh, có dung tích khoảng 40 ml.

5.2 Chén bạch kim, có dung tích khoảng 40 ml.

5.3 Thìa niken.

5.4 Lò múp, có khả năng điều chỉnh nhiệt độ đến $400\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ và lên đến nhiệt độ $1\ 050\text{ }^{\circ}\text{C}$.

6 Lấy mẫu và mẫu thử

6.1 Mẫu phòng thí nghiệm

Để phân tích, sử dụng mẫu phòng thí nghiệm có cỡ hạt nhỏ hơn $100\ \mu\text{m}$ được lấy và chuẩn bị theo ISO 3082. Trong trường hợp quặng có hàm lượng đáng kể nước liên kết hoặc các hợp chất có thể bị oxy hóa, sử dụng cỡ hạt nhỏ hơn $160\ \mu\text{m}$.

CHÚ THÍCH 2 Hướng dẫn về hàm lượng đáng kể nước liên kết và các hợp chất có thể bị oxy hóa theo TCVN 1664 (ISO 7764)

6.2 Chuẩn bị mẫu thử

Chuẩn bị mẫu thử theo quy trình nêu tại 6.2.1 hoặc 6.2.2, tùy thuộc vào loại quặng.

6.2.1 Quặng sắt có hàm lượng nước liên kết đáng kể hoặc các hợp chất có thể bị oxy hóa và hàm lượng silic oxit trên 10 % (khối lượng).

Với các loại quặng có hàm lượng silic oxit trên 10 % (khối lượng), chuẩn bị mẫu thử đã cân bằng không khí, theo ISO 2596:

- quặng đã qua xử lý chứa sắt kim loại;
- quặng nguyên khai hoặc quặng đã qua xử lý, trong đó hàm lượng lưu huỳnh lớn hơn 0,2 % (khối lượng);
- quặng nguyên khai hoặc quặng đã qua xử lý, trong đó hàm lượng nước liên kết lớn hơn 2,5 % (khối lượng).

6.2.2 Các loại quặng ngoài phạm vi 6.2.1

Chuẩn bị mẫu thử đã sấy sơ bộ như sau:

TCVN 8013-1 : 2009

Trộn đều mẫu phòng thí nghiệm và tiến hành lấy các mẫu đơn, từ đó lấy ra các mẫu thử sao cho đảm bảo tính đại diện cho toàn bộ mẫu trong thùng. Sấy mẫu thử ở $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ theo TCVN 1664 (ISO 7764). (Đây là mẫu thử đã sấy sơ bộ).

7 Cách tiến hành

7.1 Số phép xác định

Tiến hành phân tích độc lập ít nhất hai phép xác định trên một mẫu thử, theo Phụ lục A.

CHÚ THÍCH 3 Khái niệm “độc lập” có nghĩa là kết quả thứ hai và bất kỳ kết quả ngoại suy nào không bị ảnh hưởng bởi các kết quả trước. Đối với phương pháp phân tích cụ thể này, điều kiện này hàm ý là việc 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 một lượng mẫu thử đã sấy sơ bộ như trong Bảng 1, chính xác đến 0,000 2 g.

Bảng 1 – Khối lượng phần mẫu thử

Hàm lượng Si % (khối lượng)	Khối lượng phần mẫu thử g
1 đến 10	1,0
10 đến 15	0,5

CHÚ THÍCH 4 Thao tác lấy và cân phần mẫu thử phải nhanh để tránh hấp thụ lại độ ẩm.

7.3 Phép thử trắng và phép thử kiểm tra

Trong mỗi loạt phép thử, một phép thử trắng và một phép phân tích chất chuẩn được chứng nhận cùng loại quặng được tiến hành song song với phép phân tích các mẫu quặng trong cùng một điều kiện. Mẫu thử đã sấy sơ bộ của chất chuẩn được chứng nhận được chuẩn bị theo 6.2.2.

CHÚ THÍCH 5 Chất chuẩn được chứng nhận phải cùng loại với mẫu phân tích và tính chất của hai mẫu phải gần giống nhau để đảm bảo, trong cả hai trường hợp không cần có sự thay đổi đáng kể trong quy trình phân tích.

Khi thực hiện phân tích một số mẫu cùng lúc, có thể sử dụng giá trị phép thử trắng cho một lần thử, với điều kiện sử dụng cùng quy trình và sử dụng cùng chai thuốc thử.

Khi thực hiện phân tích cùng lúc một số mẫu của cùng loại quặng, có thể dùng chung kết quả phân tích của chất chuẩn được chứng nhận.

7.4 Phép xác định

7.4.1 Phân hủy phần mẫu thử

Nếu phân hủy phần mẫu thử bằng cách thiêu kết với kiềm, tiến hành như quy định tại 7.4.1.1; nếu phân hủy bằng cách phân hủy với axit, tiến hành như quy định tại 7.4.1.2.

7.4.1.1 Phân hủy bằng cách thiêu kết với kiềm (Phương pháp 1)

Cho phần mẫu thử (7.2) vào chén niken, zircon hoặc cacbon thủy tinh (5.1), cho thêm 3 g natri peroxit (4.1), dùng thìa niken (5.3) trộn đều và lên nhẹ hỗn hợp.

Đặt chén vào cửa lò múp (5.4), đặt ở nhiệt độ $400\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 20\text{ }^{\circ}\text{C}$, và để trong 1 min đến 2 min. Đưa chén trong lò duy trì ở cùng nhiệt độ, và để trong khoảng 1 h. Lấy chén ra và để nguội trong bình hút ẩm.

CHÚ THÍCH 6 Không để hỗn hợp đạt tới điểm nóng chảy. Nếu điều này xảy ra thì cần lập lại các công việc trên ở nhiệt độ thấp hơn.

CẢNH BÁO Cần mang kính bảo vệ khi tiến hành các thao tác dưới đây.

Chuyển chén chứa khối thiêu kết vào cốc thành thấp 600 ml. Đậy cốc bằng nắp kính đồng hồ và cẩn thận cho thêm 200 ml nước. Cho thêm 50 ml axit clohydric (4.4) và 25 ml axit perchloric (4.7) để hòa tan khối thiêu kết. Chuyển chén ra khỏi cốc và tia rửa chén bằng axit clohydric (4.6) và nước. Dùng đũa thủy tinh có đầu bịt cao su để cạo sạch hỗn hợp thiêu kết bám trên thành chén. Đặt cốc trên tấm gia nhiệt và từ từ gia nhiệt dung dịch để phân hủy hoàn toàn các sản phẩm thiêu kết.

Cho thêm 1 ml axit sulfuric (4.9) để ngăn tạo kết tủa titan.

Mở hé nắp đậy cốc và đun cho đến khi xuất hiện khói trắng đặc của axit perchloric. Đậy kín nắp cốc và tiếp tục đun cho đến khi không còn bốc khói ra. Duy trì trạng thái này cho đến khi bay hơi phần lớn axit perchloric, nhưng tránh để bay hơi đến khô.

Để nguội dung dịch, sau đó cho thêm khoảng 25 ml axit clohydric (4.5). Khuấy và đun nhẹ để hòa tan các muối tan được. Để cho kết tủa lắng xuống trong vài phút, sau đó tia rửa thành cốc bằng khoảng 30 ml nước. Tiếp tục ngay theo 7.4.2.

7.4.1.2 Phân hủy mẫu thử bằng axit (Phương pháp 2)

Cho phần mẫu thử (7.2) vào cốc thành thấp 400 ml và tắm ướt bằng 5 ml nước.

CHÚ THÍCH 7 Đối với quặng có hàm lượng flo lớn hơn 0,1 % (khối lượng) hoặc khi không biết hàm lượng flo, cần cho thêm 0,8 g axit boric (4.2) vào cốc chứa phần mẫu thử trước khi cho thêm 5 ml nước.

Cho thêm 50 ml axit clohydric (4.4). Đậy cốc bằng nắp kính đồng hồ và đun nhẹ nhưng không để sôi, cho đến khi phân hủy hoàn toàn phần mẫu thử. Cho thêm 1 ml axit nitric (4.11) và sau đó cho thêm 25 ml axit perchloric (4.7).

Cho thêm 1 ml axit sulfuric (4.9) để tránh tạo kết tủa titan.

TCVN 8013-1 : 2009

Mở hé nắp đậy cốc và đun cho đến khi xuất hiện khói trắng đặc của axit perchloric. Đậy kín nắp cốc và tiếp tục đun cho đến khi không còn bốc khói. Duy trì trạng thái này cho đến khi bay hơi phần lớn axit perchloric, nhưng tránh để bay hơi đến khô.

Để nguội dung dịch, sau đó cho thêm khoảng 25 ml axit clohydric (4.5). Khuấy và đun nhẹ để hòa tan các muối tan được. Cho thêm khoảng 30 ml nước, trộn và gom kết tủa trên giấy lọc chảy chậm bao gồm các mảnh giấy lọc nhỏ hoặc một lượng nhỏ bột giấy lọc.

Tia rửa cốc bằng nước và dùng đũa thủy tinh có đầu bịt cao su để cọ thành cốc. Rửa cặn ba hoặc bốn lần bằng axit clohydric nóng (4.6) và cuối cùng rửa bằng nước nóng, cho đến khi không còn axit. Loại bỏ phần nước lọc và nước rửa (xem Chú thích 8).

CHÚ THÍCH 8 Đối với trường hợp thiêu kết, cần thu hồi silic oxit trong phần nước lọc và nước rửa theo quy trình sau:

Cho thêm 10 ml axit perchloric (4.7) và 1 ml axit sulfuric (4.9) vào phần lọc và nước rửa, và đun cho đến khi xuất hiện khói trắng đặc của axit perchloric. Đậy kín nắp cốc và tiếp tục đun đến khi không còn bốc khói. Duy trì trạng thái này cho đến khi bay hơi phần lớn axit perchloric, nhưng tránh để bay hơi đến khô. Lặp lại quy trình quy định trong đoạn 4 và 5, sau đó tiếp tục theo đoạn hai của 7.4.2.

Cho cặn cùng với giấy lọc vào chén bạch kim (5.2), làm khô, sau đó tro hóa giấy lọc và cuối cùng nung trong lò múp (5.4), ở nhiệt độ ở từ 750 °C đến 800 °C. Để nguội chén. Cho thêm 2 g đến 3 g natri cacbonat (4.3), dùng thìa niken (5.3) trộn đều và nung trong lò múp ở nhiệt độ từ 900 °C đến 1 000 °C, để nung hoàn toàn.

CẢNH BÁO Cần mang kính bảo vệ khi tiến hành các thao tác sau đây.

Để nguội chén, sau đó đặt chén vào cốc thành thấp 600 ml. Đậy cốc bằng nắp kính đồng hồ. Cho thêm 200 ml nước, sau đó cho thêm 50 ml axit clohydric (4.4) và 25 ml axit perchloric (4.7). Lấy chén ra và tia rửa bằng axit clohydric (4.6) và nước. Dùng đũa thủy tinh có đầu bịt cao su để cạo sạch hỗn hợp cháy bám trên thành chén, Đặt cốc trên tấm gia nhiệt và từ từ gia nhiệt để hòa tan các sản phẩm cháy.

Cho thêm 1 ml axit sulfuric (4.9) để tránh tạo kết tủa titan.

Mở hé nắp đậy cốc và đun cho đến khi xuất hiện khói trắng dày đặc của axit perchloric. Đậy kín nắp cốc và tiếp tục đun cho đến khi không còn bốc khói. Duy trì trạng thái này cho đến khi bay hơi phần lớn axit perchloric, nhưng tránh để bay hơi đến khô.

Để nguội dung dịch, sau đó cho thêm khoảng 25 ml axit clohydric (4.5). Khuấy và đun nhẹ để hòa tan các muối tan được. Để kết tủa lắng xuống trong vài phút, sau đó tia rửa thành cốc bằng khoảng 30 ml nước. Tiếp tục ngay theo 7.4.2.

7.4.2 Xử lý silic oxit

Lọc dung dịch có chứa silic oxit không tan thu được theo 7.4.1.1 hoặc 7.4.1.2 lọc qua giấy lọc chảy chậm bao gồm các mảnh giấy lọc nhỏ hoặc một lượng nhỏ bột giấy lọc. Tia rửa cốc bằng

nước và dùng đũa thủy tinh có đầu bịt cao su để cọ thành cốc. Rửa cặn bằng axit clohydric nóng (4.6) và sau đó rửa bằng nước nóng để khử axit perchloric, và cuối cùng rửa bằng nước ấm. Giữ lại phần cặn còn lại trên giấy lọc và bỏ phần nước lọc và nước rửa (xem Chú thích 9).

CHÚ THÍCH 9 Đối với quặng có hàm lượng silic lớn hơn 5 % (khối lượng) [khoảng 10 % (khối lượng) tính theo silic oxit], hoặc không biết hàm lượng silic, cần thu hồi silic oxit từ phần nước lọc và nước rửa này theo quy trình nêu trong Chú thích 8.

Cho cặn cùng với giấy lọc vào chén bạch kim (5.2), đun nhẹ đến khi khô, sau đó tro hóa giấy lọc và nung trong lò múp (5.4) khoảng 15 min, ở nhiệt độ $1\ 050\ ^\circ\text{C} \pm 20\ ^\circ\text{C}$.

Để nguội trong bình hút ẩm và cân silic oxit thô, chính xác đến 0,000 1 g. Lặp lại quá trình gia nhiệt như trên cho đến khi thu được khối lượng không đổi (khối lượng m_1). Làm ẩm cặn trong chén bằng vài giọt nước, cho thêm 5 giọt axit sulfuric (4.8) và theo hàm lượng silic oxit, cho thêm 5 ml đến 15 ml axit flohydric (4.10). Đun nhẹ trong tủ hút khói để loại bỏ silic oxit và axit sulfuric. Cuối cùng nung chén khoảng 15 min trong lò múp ở nhiệt độ $1\ 050\ ^\circ\text{C} \pm 20\ ^\circ\text{C}$. Để nguội trong bình hút ẩm và cân các tạp chất chính xác đến 0,000 1 g. Lặp lại việc xử lý với axit sulfuric và axit clohydric, sau đó nung, cho đến khi thu được khối lượng không đổi (khối lượng m_2).

8 Biểu thị kết quả

8.1 Tính hàm lượng silic

Hàm lượng silic, w_{Si} , tính bằng phần trăm khối lượng, lấy đến số thập phân thứ tư, tính theo công thức sau

$$\begin{aligned} w_{Si} &= \frac{m_1 - m_2}{m_3} \times 0,467\ 4 \times 100 \times K \\ &= \frac{m_1 - m_2}{m_3} \times 46,74 \times K \end{aligned} \quad (1)$$

trong đó

m_1 khối lượng chén bạch kim có chứa silic oxit thô, tính bằng gam;

m_2 khối lượng chén bạch kim có chứa các tạp chất, tính bằng gam;

m_3 khối lượng phần mẫu thử, tính bằng gam;

K bằng 1,00 đối với mẫu thử đã sấy sơ bộ (6.2.2) và đối với mẫu thử đã cân bằng không khí (6.2.1) là hệ số chuyển đổi tính theo công thức

$$K = \frac{100}{100 - A} \quad (2)$$

Trong đó A là độ hút ẩm, tính bằng phần trăm khối lượng xác định theo ISO 2596.

8.2 Xử lý chung các kết quả

8.2.1 Độ lặp lại và sai số cho phép

Độ chụm của phương pháp phân tích biểu thị bằng các phương trình hồi quy sau:

$$r = 0,009\ 0\ X + 0,051\ 1 \quad (3)$$

$$P = 0,009\ 5\ X + 0,083\ 1 \quad (4)$$

$$\sigma_r = 0,003\ 2\ X + 0,018\ 1 \quad (5)$$

$$\sigma_L = 0,002\ 7\ X + 0,024\ 8 \quad (6)$$

trong đó

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

- dùng công thức (3) và (5) trong cùng phòng thí nghiệm: trung bình số học của kết quả song song;
- dùng công thức (2) và (4) giữa các phòng thí nghiệm: trung bình số học kết quả cuối cùng (8.2.3) của hai phòng thí nghiệm.

r sai số cho phép trong cùng phòng thí nghiệm (độ lặp lại);

P sai số cho phép giữa các phòng thí nghiệm;

σ_r độ lệch chuẩn trong cùng phòng thí nghiệm;

σ_L độ lệch chuẩn giữa các phòng thí nghiệm.

8.2.2 Chấp nhận kết quả phân tích

Kết quả nhận được với chất chuẩn được chứng nhận phải đảm bảo sao cho chênh lệch giữa kết quả này và giá trị chứng nhận của chất chuẩn là không có ý nghĩa về mặt thống kê. Đối với chất chuẩn được chứng nhận đã được ít nhất 10 phòng thí nghiệm phân tích, bằng các phương pháp có thể so sánh được về độ chính xác và độ chụm với phương pháp này, có thể sử dụng công thức sau để kiểm tra giá trị tuyệt đối của hiệu số:

$$|A_c - A| \leq 2 \sqrt{\frac{S_{Lc}^2 + \frac{S_{wc}^2}{n_{wc}}}{N_c} + \sigma_L^2 + \frac{\sigma_r^2}{n}} \quad (7)$$

trong đó

A_c giá trị được chứng nhận;

A kết quả hoặc trung bình các kết quả nhận được từ chất chuẩn được chứng nhận;

S_{Lc} độ lệch chuẩn giữa các phòng thí nghiệm được chứng nhận;

S_{Wc} độ chệch chuẩn trong phòng thí nghiệm được chứng nhận;

n_{Wc} số trung bình các phép thử song song trong các phòng thí nghiệm được chứng nhận;

N_c số phòng thí nghiệm được chứng nhận;

n số phép thử lặp lại trên chất chuẩn (trong hầu hết các trường hợp $n = 1$);

σ_L và σ_r như giải thích tại 8.2.1.

Nếu thoả mãn điều kiện (7), tức là nếu vế trái của công thức là nhỏ hơn hoặc bằng vế phải, thì hiệu số $|A_c - A|$ là không có ý nghĩa về mặt thống kê, trường hợp khác là có đáng kể.

Khi sự chênh lệch là đáng kể, phải lặp lại phép phân tích, đồng thời với phân tích mẫu thử. Nếu chênh lệch vẫn đáng kể, phải lặp lại quy trình, sử dụng chất chuẩn được chứng nhận khác của cùng loại quặng.

Khi dải của hai giá trị của mẫu thử nằm ngoài giới hạn r tính theo công thức (3) trong 8.2.1 phải tiến hành một hoặc một số phép thử bổ sung theo sơ đồ nêu trong phụ lục A, tiến hành đồng thời với một phép thử trắng tương ứng và phép phân tích chất chuẩn được chứng nhận của cùng loại quặng.

Việc chấp nhận các kết quả đối với mẫu thử phải tính đến từng trường hợp theo việc chấp nhận các kết quả của chất chuẩn được chứng nhận.

CHÚ THÍCH 10 Khi thông tin về chất chuẩn được chứng nhận không đầy đủ phải sử dụng quy trình sau:

- nếu không đủ dữ liệu cho phép đánh giá độ lệch chuẩn giữa các phòng thí nghiệm, bỏ biểu thức S_{Wc}^2/n_{Wc} và coi S_{Lc} là độ chệch chuẩn trung bình phòng thí nghiệm;
- nếu việc chứng nhận mới chỉ thực hiện ở một phòng thí nghiệm hoặc nếu thiếu kết quả giữa các phòng thí nghiệm, thì không nên sử dụng chất đo cho mục đích này. Trong trường hợp buộc phải sử dụng thì áp dụng công thức.

$$|A_c - A| \leq 2\sqrt{2\sigma_L^2 + \frac{\sigma_r^2}{n}} \quad (8)$$

8.2.5 Tính kết quả cuối cùng

Kết quả cuối cùng là trung bình số học của các giá trị phân tích được chấp nhận cho mẫu thử, hoặc được xác định theo quy định trong Phụ lục A, lấy đến số thập phân thứ tư và làm tròn đến số thập phân thứ hai như sau:

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

TCVN 8013-1 : 2009

- c) nếu số thập phân thứ ba bằng 5 và số thập phân thứ tư bằng 0 thì bỏ số 5 và giữ nguyên số thập phân thứ hai 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 silic oxit

Hàm lượng silic oxit biểu thị bằng phần trăm khối lượng, tính theo công thức

$$w_{\text{SiO}_2}(\%) = 2,139 w_{\text{Si}}(\%)$$

9 Báo cáo thử nghiệm

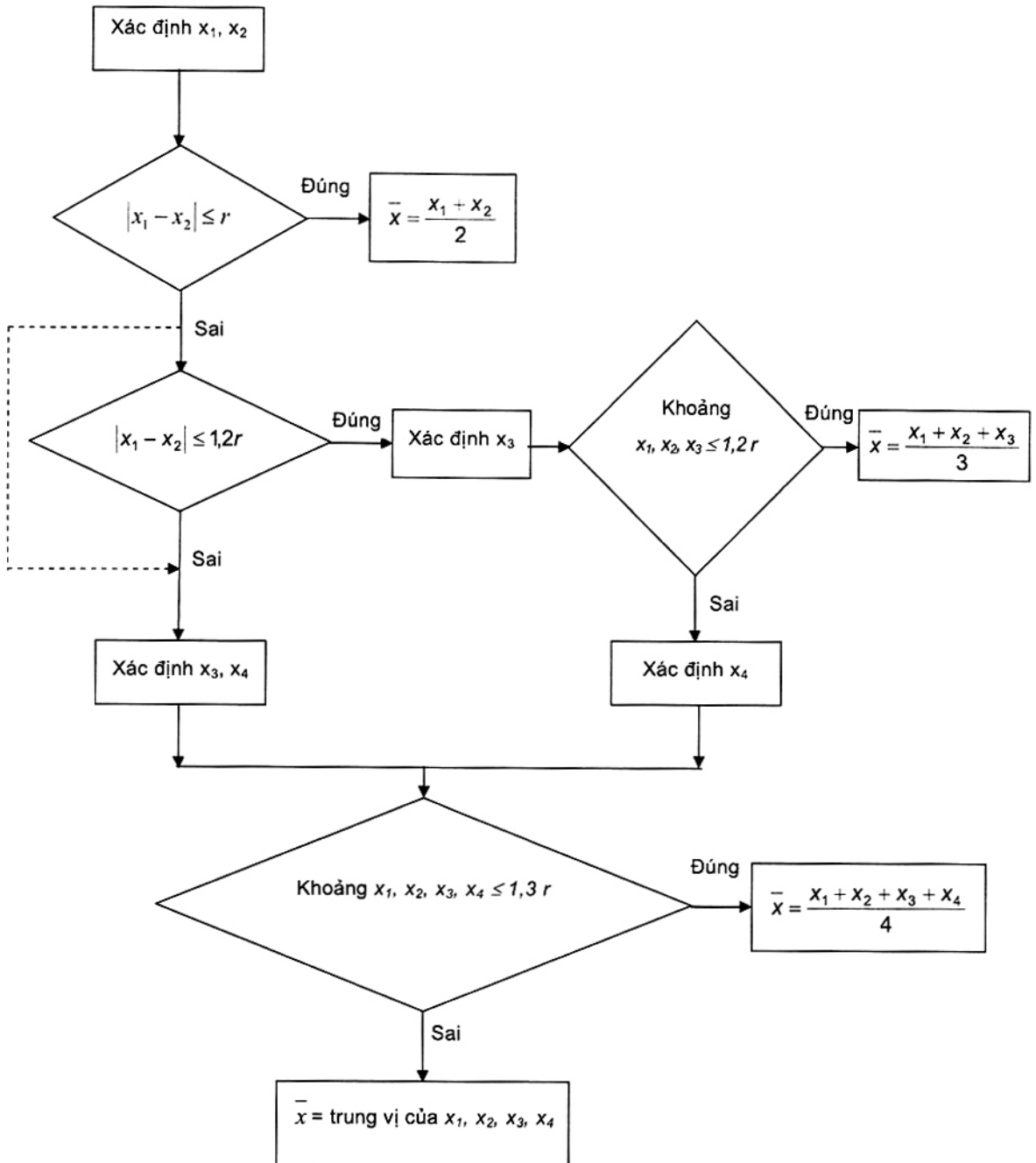
Báo cáo thử nghiệm gồm các thông tin sau:

- tên và địa chỉ phòng thử nghiệm;
- ngày tháng báo cáo kết quả;
- viện dẫn tiêu chuẩn này;
- các chi tiết cần thiết để nhận biết mẫu;
- kết quả phân tích;
- số tham chiếu của phiếu kết quả;
- bất kỳ các đặc điểm đã ghi nhận trong quá trình xác định, các thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này có thể ảnh hưởng đến kết quả của mẫu thử hoặc chất chuẩn được chứng nhận.

Phụ lục A

(quy định)

Sơ đồ quy trình chấp nhận giá trị phân tích đối với mẫu thử



r : như xác định trong 8.2.1.

Phụ lục B

(tham khảo)

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

Các phương trình trong 8.2.1 được rút ra từ những kết quả thử của chương trình phân tích quốc tế tiến hành trong năm 1967/1968 và 1970/1971 thực hiện trên năm mẫu quặng do 28 phòng thí nghiệm của 12 quốc gia thực hiện.

Các mẫu thử đã sử dụng được liệt kê trong Bảng B.1.

CHÚ THÍCH

11 Báo cáo của chương trình thử nghiệm quốc tế và phân tích thống kê các kết quả (tài liệu ISO/TC102/SC2 N 148, tháng 1/1969 và N 224, tháng 6/1971) được lưu tại Ban thư ký ISO/TC102/SC2 hoặc Ban thư ký ISO/TC102.

12 Phân tích thống kê được trình bày phù hợp với các nguyên tắc của TCVN 6910 (ISO 5725) *Độ chính xác (độ đúng và độ chụm) của phương pháp đo và kết quả đo – Xác định độ lặp lại và độ tái lập của phương pháp thử tiêu chuẩn bằng các phép thử giữa các phòng thí nghiệm.*

Bảng B.1 – Tổng hàm lượng silic trong các mẫu thử

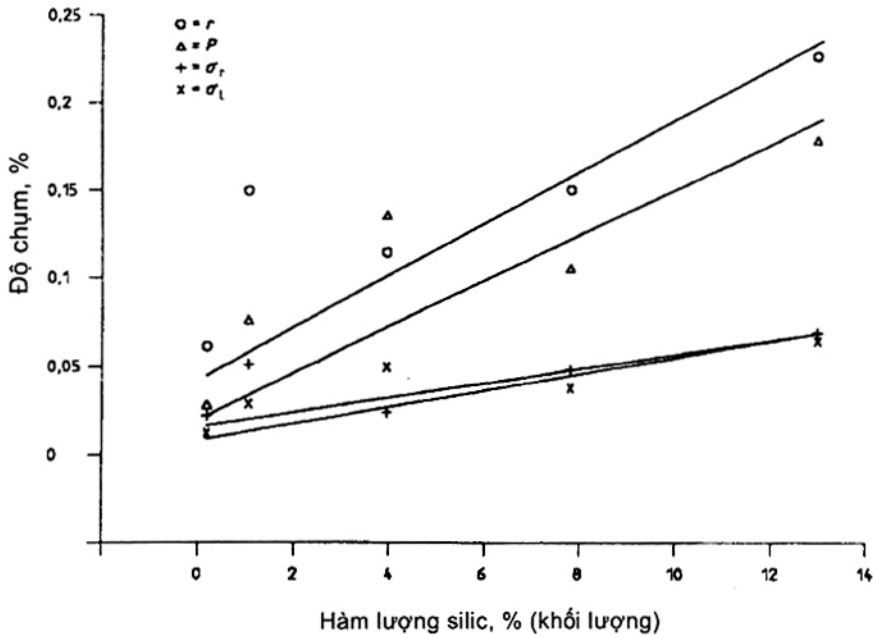
Mẫu	Hàm lượng silic, % khối lượng
Quặng Palabora	0,19
Cát chứa sắt Philipin	1,05
Quặng Thụy Điển	3,88
Quặng thiêu kết Anh	7,73
Quặng Krivol-Rog	12,85

Phụ lục C

(tham khảo)

Các dữ liệu về độ chụm thu được từ chương trình phân tích quốc tế

CHÚ THÍCH Hình C.1 là sự biểu thị bằng đồ thị các phương trình nêu trong 8.2.1.



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