

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 4654-1 : 2009; TCVN 4654-2 : 2009 ;  
ISO 4689 : 1986      ISO 4689-2 : 2004  
TCVN 4654-3 : 2009.  
ISO 4689-3 : 2004**

Xuất bản lần 1

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA VỀ QUẠNG SẮT-  
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG LƯU HUỖNH-  
CÔNG BỐ NĂM 2009**

HÀ NỘI – 2009

<b>Mục lục</b>		<b>Trang</b>
• TCVN 4654-1 : 2009 ISO 4689 :1986	Quặng sắt – Xác định hàm lượng lưu huỳnh – Phần 1 : Phương pháp khối lượng bari sulfat.	5
• TCVN 4654-2 : 2009 ISO 4689-2 : 2004	Quặng sắt – Xác định hàm lượng lưu huỳnh – Phần 2 : Phương pháp đốt / chuẩn độ.	17
• TCVN 4654-3 : 2009 ISO 4689-3 : 2004	Quặng sắt – Xác định hàm lượng lưu huỳnh – Phần 3 : Phương pháp đốt / hồng ngoại.	31

## **Lời nói đầu**

TCVN 4654-1 : 2009; TCVN 4654- 2 : 2009 ; TCVN 4654- 3 : 2009 thay thế TCVN 4654 : 1988

TCVN 4654-1 : 2009 hoàn toàn tương đương với ISO 4689 :1986;

TCVN 4654-2 :2009 hoàn toàn tương đương với ISO 4689-2 : 2004;

TCVN 4654-3 : 2009 hoàn toàn tương đương với ISO 4689-3 : 2004;

TCVN 4654-1 : 2009 ; TCVN 4654-2 : 2009 ; TCVN 4654-3 : 2009 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC102/SC2 *Quặng sắt – Phân tích hóa học biên soạn* , Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

## Quặng sắt – Xác định hàm lượng lưu huỳnh – Phần 2: Phương pháp đốt/chuẩn độ

*Iron ores – Determination of sulfur content –  
Part 2: Combustion/titration 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 đốt/chuẩn độ để xác định hàm lượng lưu huỳnh có trong quặng sắt.

Phương pháp này áp dụng cho hàm lượng lưu huỳnh từ 0,002 % (khối lượng) đến 0,25 % (khối lượng) có trong quặng sắt nguyên khai, tinh quặng sắt và sắt kết khối, kể cả các sản phẩm thiêu kết. Sự có mặt của florua không ảnh hưởng đến các kết quả thử.

### 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 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.*

ISO 3082, *Iron ores - Sampling and sample preparation procedures (Quặng sắt - Quy trình lấy mẫu và chuẩn bị mẫu).*

### 3 Nguyên tắc

Trộn mẫu với vonfram(VI) oxit và gia nhiệt đến 1200 °C trong lò nung, sử dụng nitơ làm khí mang.

Dioxit lưu huỳnh thoát ra được hấp thụ trong dung dịch axit clohydric loãng chứa hồ tinh bột và kali iodua, dung dịch này được chuẩn độ liên tục bằng dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn kali iodat.

### 4 Thuốc thử

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

**4.1 Maglê peclorat**,  $Mg(ClO_4)_2$ , khan, tự chảy, cỡ hạt từ 0,5 mm đến 2 mm.

**4.2 Vonfram(VI) oxit**, ( $WO_3$ ).

**4.3 Thiếc(II) clorua**,  $SnCl_2 \cdot 2H_2O$ , cỡ hạt từ 0,5 mm đến 2 mm.

**4.4 Soda-amiang**, cỡ hạt từ 0,5 mm đến 2 mm.

**4.5 Axit clohydric**,  $\rho$  từ 1,16 g/ml đến 1,19 g/ml, pha loãng 1 + 66.

**4.6 Kali iodua**, KI, dung dịch 3 % (khối lượng).

**4.7 Hồ tinh bột**, dung dịch 2 % (khối lượng).

Khuấy 2,0 g tinh bột trong 10 ml nước, cho thêm 50 ml nước sôi và khuấy lên. Để nguội, pha loãng đến 100 ml và trộn đều.

Chuẩn bị dung dịch ngay trước khi sử dụng.

**4.8 Kali iodat**,  $KIO_3$ , dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn, 0,001 042 mol/l.

**CHÚ THÍCH** Kali iodat được làm khô trước trong 2 h tại nhiệt độ 130 °C.

Cân 0,223 g kali iodat đã khô, chính xác đến 0,0002 g và hòa tan trong nước. Làm nguội, sau đó chuyển vào bình định mức dung tích 1 l và dùng nước pha loãng đến vạch mức và lắc đều.

1 ml dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn này tương đương 0,10 mg lưu huỳnh .

### 5 Thiết bị, dụng cụ

Thiết bị, dụng cụ thông thường trong phòng thí nghiệm, bao gồm pipet một vạch, bình định mức phù hợp với các quy định trong TCVN 7151 (ISO 648) và TCVN 7153 (ISO 1042), và các loại sau. Xem Hình 1.

**5.1 Nguồn cấp nitơ.**

**5.2 Tháp làm khô**, chứa soda-amiang (4.4) hoặc magie peclorat (4.1).

**5.3 Lưu lượng kế**, chia vạch từ 0 l/min đến 1 l/min.

**5.4 Lò nung**, có khả năng duy trì nhiệt độ tại  $1200\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

**5.5 Ống đốt chịu lửa**, có khả năng chịu được nhiệt độ  $1200\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

**5.6 Thuyền đốt chịu lửa**, có nắp đậy nhẹ, hoặc thuyền đốt chịu lửa loại phù hợp có cuộn (lõi) xốp như thể hiện trên Hình 2a) hoặc 2b).

Có thể sử dụng các kích thước theo hướng dẫn sau:

<b>Thuyền đốt</b>		<b>Cuộn (lõi) xốp</b>	
Dài	80 mm	Dài	50 mm
Rộng	13 mm	Đường kính trong	15 mm
Sâu	9 mm		

**5.7 Ống hấp thụ thiếc(II) clorua**, ống thủy tinh hẹp chứa 10 g thiếc(II) clorua (4.3) rắn, nút bằng bông trung tính để ngăn thuốc thử thổi vào bình hấp thụ. Dùng loại ống chữ U là phù hợp. Nếu cần, có thể đưa vào bộ đốt chỗ đầu ra của ống đốt tại điểm X như trên Hình 1.

CHÚ THÍCH: Nếu biết hoặc đoán là có chứa clorua, ví dụ ở dạng natri clorua, chlorapatite hoặc scapolite thì clo được tạo thành trong quá trình đốt mẫu sẽ bị loại bằng cách theo dòng khí đi qua thiếc(II) clorua rắn trong ống hoặc bình phù hợp (5.7) trước khi hấp thụ hoặc chuẩn độ. Nếu nhiều mẫu có hàm lượng clorua lớn hơn 1 % (khối lượng) thì phải tiến hành phân tích. Khuyến cáo nên xác định khả năng hấp thụ của thiếc(II) clorua để có thể quyết định lượng thuốc thử phù hợp nhất. Trong các trường hợp như vậy, nên sử dụng bình hấp thụ lớn hơn.

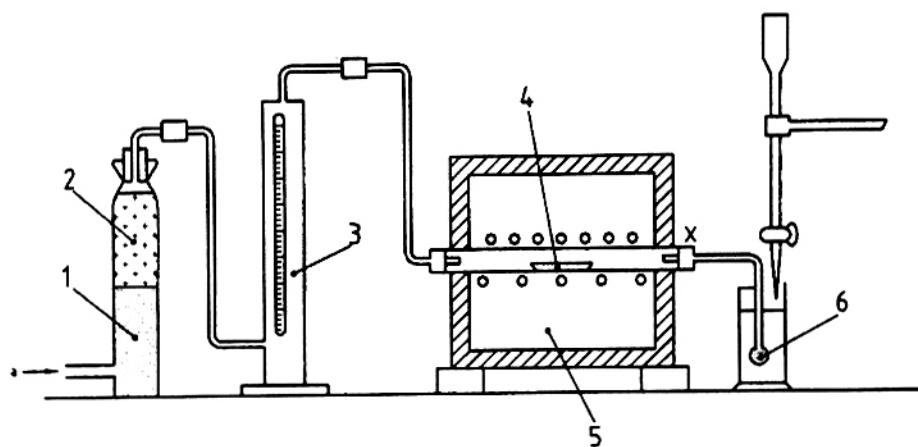
Ống hấp thụ thiếc(II) clorua cũng được làm phù hợp nếu chưa biết hàm lượng clorua của mẫu thử.

**5.8 Ống hình trụ**, loại dung tích 100 ml, cao thành, dùng để giữ dung dịch hấp thụ.

**5.9 Máy sục khí**, có nhiều lỗ, dài sát đáy ống hình trụ (5.8).

**5.10 Buret**, phù hợp với TCVN 7149 (ISO 385), có vạch chia 0,05 ml.

CHÚ THÍCH: Đối với các phép xác định hàm lượng lưu huỳnh nhỏ [ $< 0,005\%$  (khối lượng)], có thể dùng dụng cụ chuẩn độ khác như buret có piston hoặc micro-xylanh phù hợp có khả năng chuyển các lượng chất chuẩn độ nhỏ, chính xác.



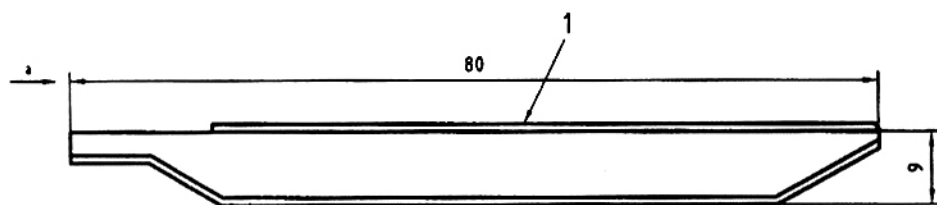
CHÚ DẪN

- 1 Soda-amiang
- 2 Magiê peclorat khan
- 3 Lưu lượng kế

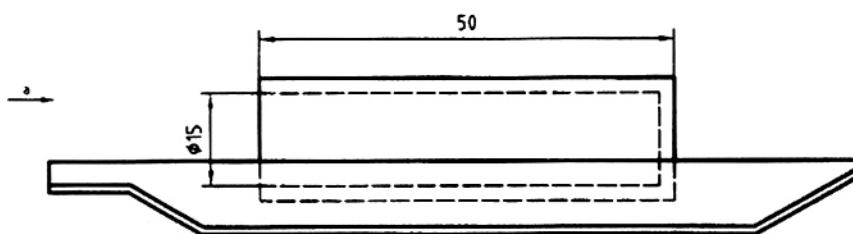
- 4 Thuyền đốt
- 5 Lò nung
- 6 Máy sục khí nhiều lỗ
- <sup>a</sup> Nitơ

Hình 1 – Thiết bị đốt

Kích thước tính bằng milimet



a) Thuyền đốt có nắp đậy



b) Thuyền đốt có cuộn (lõi) xấp

CHÚ DẪN

- 1 Nắp đậy
- <sup>a</sup> Dòng khí

Hình 2 – Thuyền đốt

## 6 Lấy mẫu và mẫu thử

### 6.1 Mẫu phòng thử 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 hoá, sử dụng cỡ hạt nhỏ hơn 160  $\mu\text{m}$ .

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 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 vật chứa. 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 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 này, điều kiện này hàm ý là việc lặp lại quy trình được thực hiện do cùng người thao tác tại thời điểm khác nhau, hoặc do người khác thao tác, bao gồm cả việc hiệu chuẩn lại tương ứng cho từng trường hợp.

### 7.2 Phần mẫu thử

Lấy một số mẫu đơn, cân chính xác đến 0,000 2 g, lượng mẫu thử đã sấy sơ bộ theo qui định tại Bảng 1.

CHÚ THÍCH 1: Đối với 1 g mẫu, thuyền đốt hoặc cuộn (lõi) xốp phải đủ chỗ cho khối mẫu thử cộng với vonfram(VI) oxit tăng lên.

CHÚ THÍCH 2: Thao tác lấy mẫu và cân phần mẫu thử phải nhanh để tránh hấp thụ ẩm lại.

**Bảng 1 – Khối lượng phần mẫu thử**

Hàm lượng lưu huỳnh, % (khối lượng)	Khối lượng, g
0,001 đến 0,100	1,0
0,100 đến 0,25	0,5



### **7.3 Phép thử trắng và phép thử kiểm tra**

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

**CHÚ THÍCH:** Mẫu chuẩn được chứng nhận phải cùng loại với mẫu phân tích và tính chất của hai vật liệu phải giống nhau đủ để đảm bảo rằng chắc chắn trong cả hai trường hợp không 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 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**

Cho phần mẫu thử vào cốc cân có chứa 1,0 g vonfram(VI) oxit (4.2) và trộn đều.

Chuyển 80 g axit clohydric (4.5), 1 ml dung dịch kali iodua (4.6) và 1 ml dung dịch hồ tinh bột (4.7) vào ống hấp thụ (5.8) và đặt vào vị trí cuối của bộ đốt. Điều chỉnh tốc độ dòng nitơ trong khoảng từ 150 ml/min đến 200 ml/min và chuẩn độ dung dịch hấp thụ bằng dung dịch kali iodua (4.8) cho đến khi màu dung dịch chuyển sang xanh nhạt. Thông thường cần vài giọt dung dịch kali iodua (4.8) là đủ.

Chuyển hỗn hợp của phần mẫu thử và vonfram(VI) oxit vào thuyền đốt chịu lửa đã đậy nắp (5.6) và đưa vào vùng nóng của lò nung (5.4) tại nhiệt độ 1 200 °C.

Hoặc cách khác, có thể đưa hỗn hợp của phần mẫu thử và vonfram(VI) vào trong ống xoắn, ống này đặt trong thuyền đốt chịu lửa [xem Hình 2b)].

Để yên thuyền đốt trong vùng nóng khoảng 1 min, sau đó cho dòng nitơ chạy qua lò với tốc độ từ 150 ml/min đến 200 ml/min. Với dòng nitơ liên tục, chuẩn độ dung dịch hấp thụ bằng dung dịch kali iodua (4.8), giữ dung dịch ở trạng thái vừa chuyển sang màu xanh.

**CHÚ THÍCH 1:** Thực hiện chuẩn độ trong quá trình khí lưu huỳnh thoát ra để ngăn không cho lưu huỳnh dioxit bị dòng khí mang cuốn khỏi dung dịch. Đối với mẫu có hàm lượng lưu huỳnh cao có thể phải giảm dòng khí xuống đến 150 ml/min. Khi phân tích các mẫu có hàm lượng lưu huỳnh rất nhỏ có thể cần dòng có tốc độ đến 300 ml/min để đảm bảo chắc chắn chuyển hết khí lưu huỳnh có trong dung dịch hấp thụ.

Tiếp tục cho nitơ chạy qua thiết bị ít nhất 5 min nữa, hoặc cho đến khi dung dịch hấp thụ duy trì ổn định màu xanh, lấy theo thời gian nào lâu hơn.

**CHÚ THÍCH 2:** Nếu mẫu chứa lượng nước liên kết lớn, có thể xuất hiện màng ẩm bên trong thiết bị, thì phải cho bay hơi hết trước khi kết thúc phép thử.

CHÚ THÍCH 3: Đối với các mẫu có hàm lượng lưu huỳnh thông thường, thời gian đốt khoảng từ 4 min đến 5 min là đủ. Tuy nhiên đối với các mẫu có hàm lượng lưu huỳnh cao, cần tăng thời gian đốt lên 10 min hoặc nhiều hơn để đảm bảo chiết xuất hết lưu huỳnh khỏi mẫu.

Rửa bên trong máy sục khí vài lần bằng nước thoát qua đầu nút của ống đốt (để phần hấp thụ chảy ngược lại máy sục khí), sau đó nút lại để hoàn lại dòng nitơ qua thiết bị. Cuối cùng chuẩn độ dung dịch đến điểm cuối là màu xanh nhạt, ghi lại thể tích dung dịch kali iodua (4.8) đã dùng. Đồng thời cũng ghi lại thể tích dung dịch kali iodua đã dùng cho phép thử trắng.

CHÚ THÍCH 4: Nếu trong mẫu trắng xuất hiện hàm lượng lưu huỳnh cao (> tương đương 0,001 % khối lượng trong mẫu thử), có thể so sự có mặt của các hợp chất lưu huỳnh trong vonfram(VI) oxit hoặc trong thuyên chịu lửa/cuộn (lõi) xốp đã dùng. Có thể xử lý sơ bộ vonfram(VI) oxit (4.2) bằng cách gia nhiệt trong 2 h tại nhiệt độ 800 °C, và có thể giảm mẫu trắng trong thuyên đốt/cuộn (lõi) xốp bằng cách để yên chúng qua đêm trong lò phù hợp tại nhiệt độ 1200 °C và bảo quản trong bình hút ẩm trước khi sử dụng. Nếu hàm lượng lưu huỳnh trong mẫu nhỏ hơn 0,01 % (khối lượng) cũng cần xử lý sơ bộ vonfram(VI) oxit và thuyên đốt như vậy.

## 8 Biểu thị kết quả

### 8.1 Tính hàm lượng lưu huỳnh

Hàm lượng lưu huỳnh,  $w_S$ , tính bằng phần trăm (khối lượng), đối với hàm lượng cao hơn 0,01 % (khối lượng) lấy đến năm số thập phân, và lấy đến sáu số thập phân đối với hàm lượng thấp hơn 0,01 % (khối lượng), sử dụng phương trình (1):

$$w_S(\%) = \frac{V_1 - V_2}{m \times 100} \quad (1)$$

trong đó

- $V_1$  là thể tích của dung dịch kali iodua (4.8) tiêu chuẩn đã dùng để chuẩn độ phần mẫu thử, tính bằng mililit;
- $V_2$  là thể tích của dung dịch kali iodua (4.8) tiêu chuẩn đã dùng để chuẩn độ mẫu trắng, tính bằng mililit;
- $m$  là khối lượng 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 phương trình sau<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Thông tin bổ xung nêu trong các Phụ lục B và C.

## TCVN 4654-2 : 2009

$$R_d = 0,011\ 98X^{0,518\ 3} \quad (2)$$

$$P = 0,114\ 59X + 0,000\ 85 \quad (3)$$

$$\sigma_d = 0,004\ 233 X^{0,518\ 3} \quad (4)$$

$$\sigma_L = 0,038\ 70 X + 0,000\ 23 \quad (5)$$

trong đó

$R_d$  là giới hạn kết quả song song độc lập;

$P$  là sai số cho phép giữa các phòng thí nghiệm;

$\sigma_d$  là độ lệch chuẩn của kết quả song song độc lập;

$\sigma_L$  là độ lệch chuẩn giữa các phòng thí nghiệm.

$X$  là hàm lượng lưu huỳnh của mẫu đã sấy sơ bộ biểu thị theo phần trăm khối lượng, được tính như sau:

- Trong cùng phòng thí nghiệm dùng phương trình (2) và (4): trung bình số học của các kết quả song song;
- Giữa các phòng thí nghiệm dùng phương trình (3) và (5): trung bình số học của các kết quả cuối cùng (8.2.5) của hai phòng thí nghiệm.

### 8.2.2 Xác định kết quả phân tích

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

### 8.2.3 Độ chụm giữa các phòng thí nghiệm

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

Tính đại lượng sau:

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

trong đó

$\mu_1$  là kết quả báo cáo cuối cùng của phòng thí nghiệm 1;

$\mu_2$  là kết quả báo cáo cuối cùng của phòng thí nghiệm 2;

$\mu_{1,2}$  là giá trị trung bình của các kết quả cuối cùng.

Nếu  $|\mu_1 - \mu_2| \leq P$  thì các kết quả là phù hợp.

### 8.2.4 Kiểm tra độ đúng

Kiểm tra độ đúng của phương pháp phân tích bằng cách sử dụng mẫu chuẩn được chứng nhận (CRM) hoặc mẫu chuẩn (RM). Quy trình tương tự như đã nêu trên. Sau khi xác định độ chụm, so sánh kết quả cuối cùng của phòng thử nghiệm 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 báo cáo 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 báo cáo và giá trị chuẩn/chứng nhận có ý nghĩa về mặt thống kê;

trong đó

$\mu_c$  là kết quả cuối cùng phân tích trên mẫu chuẩn được chứng nhận;

$A_c$  là giá trị chứng nhận/chuẩn đối với CRM/RM;

$C$  là giá trị phụ thuộc vào loại mẫu chuẩn CRM/RM được sử dụng.

CHÚ THÍCH 1: Chuẩn bị và chứng nhận các mẫu chuẩn được chứng nhận sử dụng cho mục đích này theo TCVN 8245 (ISO/IEC Guide 35).

Đối với CRM do chương trình thử nghiệm liên phòng chứng nhận.

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

trong đó

$V(A_c)$  là phương sai của giá trị chứng nhận chuẩn  $A_c$

Đối với CRM do một phòng thí nghiệm chứng nhận

$$C = 2\sqrt{\sigma_L^2 + \frac{\sigma_d^2}{n}}$$

CHÚ THÍCH 2: Tránh sử dụng loại CRM này, 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 chấp nhận được cho mẫu thử, hoặc được xác định theo quy định tại Phụ lục A, tính kết quả đến năm số thập phân đối với hàm lượng lưu huỳnh cao hơn 0,01 % (khối lượng) và tính đến sáu số thập phân đối với hàm lượng lưu huỳnh nhỏ hơn 0,01 % (khối lượng). Đối với hàm lượng lớn hơn 0,01 % (khối lượng) giá trị được làm tròn đến số thập phân thứ ba như quy định tại a), b) và c). Tương tự, khi tính đến sáu

## **TCVN 4654-2 : 2009**

số thập phân, đối với hàm lượng nhỏ hơn 0,01 % (khối lượng), giá trị được làm tròn đến số thập phân thứ tư.

- a) Khi số thập phân thứ tư nhỏ hơn 5 thì bỏ đi và giữ nguyên số thập phân thứ ba;
- b) Khi số thập phân thứ tư bằng 5 và số thập phân thứ năm khác 0, hoặc số thập phân thứ tư lớn hơn 5 thì tăng số thập phân thứ ba lên một đơn vị;
- c) Khi số thập phân thứ tư bằng 5 và số thập phân thứ năm bằng 0 thì bỏ số 5 và giữ nguyên số thập phân thứ ba khi nó là 0, 2, 4, 6 hoặc 8 và tăng lên một đơn vị khi nó là 1, 3, 5, 7 hoặc 9.

## **9 Báo cáo thử nghiệm**

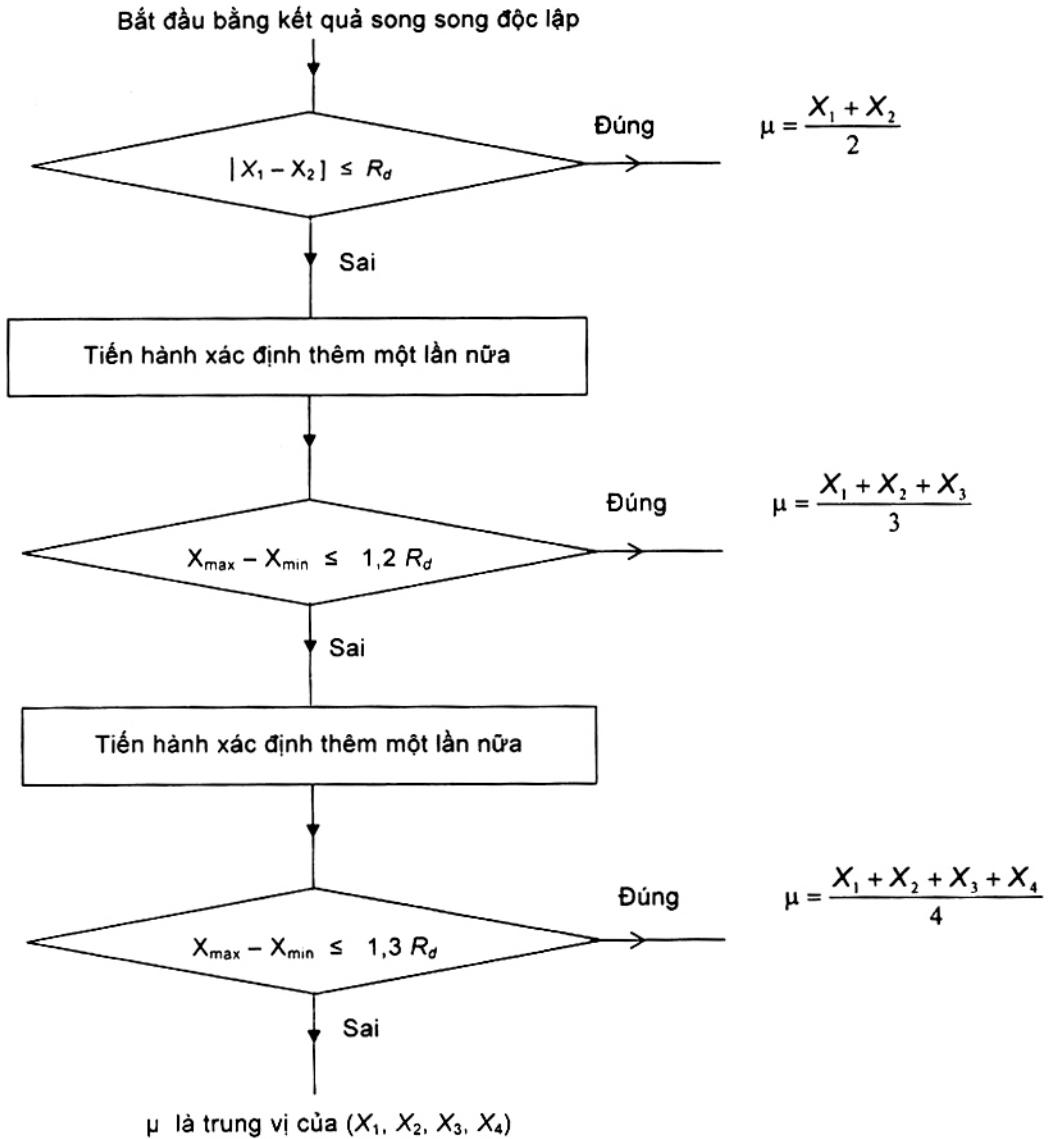
Báo cáo kết quả của phép thử gồm các thông tin sau:

- a) tên và địa chỉ phòng thử nghiệm;
- b) ngày tháng báo cáo kết quả;
- c) viện dẫn tiêu chuẩn này;
- d) các chi tiết cần thiết để nhận biết mẫu;
- e) kết quả của phép phân tích;
- f) số tham chiếu của phiếu kết quả;
- g) bất kỳ các đặc điểm ghi nhận trong quá trình xác định, và 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

CHÚ THÍCH:  $R_d$  theo xác định tại 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 hồi quy trong 8.2.1 được rút ra từ những kết quả thử của chương trình phân tích quốc tế tiến hành trong các năm 1999/2000 thực hiện trên bảy mẫu quặng do 6 phòng thí nghiệm của 4 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.

CHÚ THÍCH 1: Báo cáo của chương trình thử nghiệm quốc tế và phân tích thống kê các kết quả (Tài liệu ISO/TC102/SC2 N 1419 và N 1422, tháng 12 năm 2000) 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 6910-2 (ISO 5725-2).

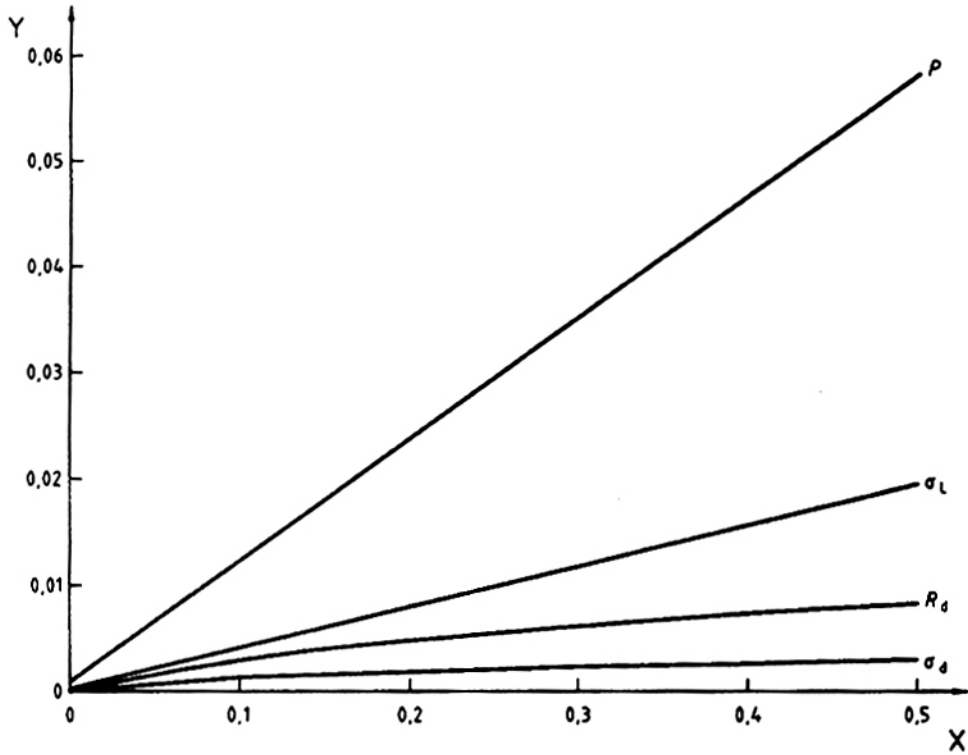
**Bảng B.1 – Hàm lượng lưu huỳnh của các mẫu thử**

<b>Mẫu</b>	<b>Hàm lượng lưu huỳnh, % (khối lượng)</b>
WG 4-5	0,004 50
WG 4-3	0,005 79
WG 4-4	0,011 8
WG 4-1	0,208
WG 4-2	0,032 7
WG 4-6	0,110
WG 4-7	0,527

## Phụ lục C

(tham khảo)

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



## CHÚ DẪN

X Hàm lượng lưu huỳnh, % (khối lượng)

Y Độ chụm, %

**Hình C.1 – Tương quan bình phương tối thiểu của độ chụm đối với hàm lượng lưu huỳnh X**



### Thư mục tài liệu tham khảo

[1] TCVN 8245 (ISO/IEC Guide 35), *Mẫu chuẩn – Nguyên tắc chung và nguyên tắc thống kê trong chứng nhận.*

[2] TCVN 6910-2 (ISO 5725-2), *Độ chính xác (độ đúng và độ chụm) của phương pháp đo và kết quả đo – Phần 2: Phương pháp cơ bản xác định độ lặp lại và độ tái lập của phương pháp đo tiêu chuẩn.*

---