

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

Mục lục		Trang
• 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 1: Phương pháp khối lượng bari sulfat

*Iron ores – Determination of sulfur content –
Barium sulfate gravimetric method*

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp khối lượng bari sulfat để xác định hàm lượng lưu huỳnh trong quặng sắt.

Phương pháp này áp dụng đối với hàm lượng lưu huỳnh từ 0,01 % (khối lượng) đến 1,0 % (khối lượng) trong quặng sắt nguyên khai, tinh quặng và sắt kết khối, kể cả các sản phẩm thiêu kết.

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.*

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 cách xử lý với kali clorat và axit clohydric và axit nitric sau đó làm bay hơi đến khô. Hòa tan muối trong axit clohydric và lọc cặn không tan. Loại bỏ phần lớn sắt trong nước lọc bằng cách chiết với metyl isobutyl keton.

Nung phần cặn không tan và loại bỏ silic dioxit bằng cách làm bay hơi với axit flohydric và axit nitric. Nung chảy cặn với natri cacbonat, sau đó hòa tan và lọc. Axit hóa nước lọc và gộp vào dung dịch chính.

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

ISO 3082 : 2000 đang được soát xét thay thế.

Khử sắt còn lại về sắt(II), điều chỉnh độ axit và thêm dung dịch bari clorua. Lọc bari sulfat và xác định khối lượng.

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 Kali clorat ($KClO_3$), bột.

4.2 Natri cacbonat (Na_2CO_3), khan.

4.3 Kẽm

Sử dụng kẽm có hàm lượng lưu huỳnh thấp nhất và có cỡ hạt từ 1 mm đến 3 mm.

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 2 + 1.

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

4.7 Axit clohydric, ρ từ 1,16 g/ml đến 1,19 g/ml, pha loãng 2 + 100.

4.8 Axit nitric, ρ 1,4 g/ml.

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

4.10 Hỗn hợp axit: axit clohydric (4.4) và axit nitric (4.8), 4 + 1.

CHÚ THÍCH: Không lưu giữ dung dịch này, chuẩn bị ngay trước khi sử dụng.

4.11 Bari clorua ($BaCl_2 \cdot 2H_2O$), dung dịch 100 g/l.

Hòa tan 100 g tinh thể bari clorua dihydrat ($BaCl_2 \cdot 2H_2O$) trong 1 l nước, đun nắp và gia nhiệt đến sôi. Giữ ấm trong bể ổn nhiệt ít nhất trong 2 h và để nguội qua đêm đến nhiệt độ phòng. Bảo quản dung dịch trong chai nhựa và trước mỗi lần sử dụng, lọc một phần thể tích yêu cầu qua giấy lọc chảy chậm.

4.12 Dung dịch rửa axit clohydric, chứa bari clorua.

Lọc 10 ml dung dịch bari clorua (4.11) qua giấy lọc chảy chậm, và pha loãng bằng dung dịch axit clohydric (4.7) đến 1 000 ml.

4.13 Natri nitrat ($NaNO_3$), dung dịch bão hòa.

4.14 Natri cacbonat (Na_2CO_3), dung dịch 20 g/l.

Bảo quản trong chai nhựa.

4.15 Amoni thiocyanat (NH_4SCN), dung dịch 100 g/l

4.16 Bạc nitrat, dung dịch 20 g/l.

4.17 Metyl da cam, dung dịch 0,1 g/100 ml.

Hòa tan 0,10 g metyl da cam trong 100 ml nước.

4.18 Metyl isobutyl keton [$\text{CH}_3\text{COCH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)_2$] (4-metylpentan-2-one)

Xử lý trước khi sử dụng: rót 200 ml metyl isobutyl keton và 100 ml dung dịch axit clohydric (4.6) vào phễu chiết dung tích 500 ml và lắc đều trong khoảng 1 min. Để tách lớp và loại bỏ phần nước phía dưới.

5 Thiết bị, dụng cụ

Các thiết bị, dụng cụ phòng thí nghiệm thông thường.

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 μm , 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 μm .

CHÚ THÍCH: 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 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 một mẫu thử, 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. 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 Phép thử trắng và phép thử kiểm tra

Trong mỗi loạt phép thử, một phép thử trắng và một phép phân tích mẫu 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 mẫu chuẩn được chứng nhận được chuẩn bị theo 6.2.

CHÚ THÍCH: Mẫu 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 mẫu chuẩn được chứng nhận.

7.3 Phần mẫu thử

Lấy một số mẫu đơn, cân một lượng mẫu thử đã sấy sơ bộ (6.2) như quy định trong bảng, chính xác đến 0,000 2 g.

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

Bảng 1 – Khối lượng phần mẫu thử và thể tích hỗn hợp axit (4.10) dùng để phân hủy

Hàm lượng lưu huỳnh w_S % (khối lượng)	Khối lượng phần mẫu thử g	Thể tích hỗn hợp axit ml
$0,01 < w_S \leq 0,1$	5,0	70
$0,1 < w_S \leq 0,5$	2,0	40
$0,5 < w_S \leq 1,0$	1,0	25

7.4 Phép xác định

7.4.1 Phân hủy phần mẫu thử

Cho phần mẫu thử (7.3) vào cốc dung tích 500 ml, thêm 1 g kali clorat (4.1), và từ 3 ml đến 4 ml nước và lắc đều.

Thêm thể tích hỗn hợp axit (4.10) yêu cầu, theo bảng và gia nhiệt để phân hủy phần mẫu thử. Làm bay hơi dung dịch đến khô trên tấm gia nhiệt ở nhiệt độ khoảng 150 °C, để nguội và thêm 10 ml axit clohydric (4.4). Làm bay hơi lại cho đến khô, tiếp tục gia nhiệt ở nhiệt độ khoảng 110 °C trong 30 min. Để nguội, thêm 30 ml axit clohydric (4.6) và giữ ấm để hòa tan hết muối tan.

CHÚ THÍCH: Mẫu không phân hủy trong 1 h đến 2 h bằng quy trình này phải hủy bằng cách giữ ấm dung dịch trong một thời gian dài hơn.

Thêm 25 ml nước và đun sôi trong 5 min. Lọc dung dịch qua giấy lọc chảy chậm, gom phần nước lọc vào cốc dung tích 500 ml. Rửa giấy lọc và cặn bằng axit clohydric (4.7) ẩm cho đến khi không còn phát hiện thấy ion sắt(III) trong nước rửa bằng cách kiểm tra một lượng nhỏ bằng dung dịch amoni thiocyanat (4.15). Để lại phần nước lọc và nước rửa. Chuyển giấy lọc và cặn vào chén platin.

7.4.2 Chiết phần lớn sắt

Làm bay hơi phần nước lọc và nước rửa (7.4.1) đến khoảng 10 ml. Để nguội và chuyển dung dịch vào phễu chiết dung tích 200 ml, sử dụng tổng 50 ml axit clohydric (4.5), lấy một theo vài phần để rửa cốc. Thêm 50 ml metyl isobutyl keton (4.18) và lắc đều trong 1 min. Để tách lớp, sau đó lấy phần chất lỏng phía dưới vào phễu chiết dung tích 200 ml thứ hai. Rửa lớp hữu cơ bằng cách thêm 10 ml axit clohydric (4.5) và lắc trong 30 s. Để các lớp phân tách, sau đó gộp lớp chất lỏng với phần đầu tiên. Lặp lại việc rửa pha hữu cơ với 10 ml axit clohydric (4.5) khác, gộp phần dung dịch chất lỏng và loại bỏ pha hữu cơ.

Thêm 50 ml metyl isobutyl keton (4.18) vào phễu chứa phần dung dịch và lắc đều trong 1 min. Để tách lớp, sau đó cho dung dịch nước phía dưới vào cốc dung tích 500 ml. Rửa pha hữu cơ bằng cách chiết hai lần với 10 ml axit clohydric (4.5), chuyển phần nước rửa vào cốc. Làm bay hơi phần dung dịch nước đã gộp đến khô.

Thêm 10 ml hỗn hợp axit (4.10) vào muối và làm bay hơi đến khô để phân hủy các chất hữu cơ. Thêm 10 ml axit clohydric (4.4) và đặt trên tấm gia nhiệt làm bay hơi đến khô ở nhiệt độ 150 °C. Thêm hơn 10 ml axit clohydric (4.4) và làm bay hơi đến khô, tiếp tục gia nhiệt ở nhiệt độ 110 °C trong khoảng 30 min. Để nguội, thêm 5 ml axit clohydric (4.4) và 30 ml nước để hòa tan muối, và giữ lại làm dung dịch chính.

7.4.3 Xử lý cặn

Làm ẩm giấy lọc chứa cặn thu được tại 7.4.1 với 1 hoặc 2 giọt dung dịch natri nitrat (4.13), cẩn thận gia nhiệt chén để đốt giấy lọc, sau đó nung ở nhiệt độ 800 °C đến 850 °C. Để nguội chén và làm ẩm cặn nung bằng vài giọt axit nitric (4.8). Thêm khoảng 5 ml axit flohydric (4.9) và gia nhiệt nhẹ đến khô để loại bỏ silic dioxit và axit nitric.

CHÚ THÍCH: Với hàm lượng silic cao, xử lý để loại bỏ silic dioxit có thể lặp lại với 5 ml axit flohydric (4.9) khác.

Để nguội chén, thêm 3 g natri cacbonat (4.2) và nung cặn ở nhiệt độ khoảng 1000 °C trong 15 min. Để nguội chén trong cốc dung tích 300 ml. Thêm khoảng 100 ml nước ẩm và gia nhiệt để hòa tan khối chảy. Lấy chén ra và tia rửa bằng nước.

Lọc dung dịch qua giấy lọc chảy chậm, gom nước lọc vào cốc dung tích 300 ml. Rửa giấy lọc một vài lần bằng dung dịch natri cacbonat (4.14), và loại bỏ cặn. Thêm 0,5 ml dung dịch chỉ thị metyl da cam (4.17) vào phần nước lọc và nước rửa và trung hòa dung dịch bằng cách vừa khuấy vừa

TCVN 4654-1 : 2009

cho thêm một lượng nhỏ axit clohydric (4.6). Thêm dư 5 ml axit clohydric (4.6) và gộp dung dịch này với dung dịch chính tại 7.4.2.

7.4.4 Kết tủa bari sulfat

Đậy cốc chứa dung dịch đã gộp bằng nắp kính đồng hồ và gia nhiệt làm bay hơi đến 25 ml. Để nguội, thêm 3 ml axit clohydric (4.6) và 50 ml nước và gia nhiệt để hòa tan các muối tan. Gia nhiệt trong bể ổn nhiệt từ 60 °C đến 70 °C và thêm 1,0 g kẽm (4.3) để khử sắt(III) còn lại về sắt(II). Ngay sau khi hòa tan hoàn toàn kẽm, lọc dung dịch qua giấy lọc chảy chậm, gom nước lọc vào cốc thành cao 300 ml. Rửa giấy và cặn bằng axit clohydric (4.7) cho đến khi thể tích nước lọc xấp xỉ 120 ml, sau đó loại bỏ cặn.

Gia nhiệt dung dịch ở nhiệt độ từ 60 °C đến 70 °C, trong khi khuấy dùng buret từ từ thêm 5 ml dung dịch bari clorua (4.11). Tiếp tục khuấy khoảng hơn 5 min, sau đó đậy nắp cốc bằng một nắp kính đồng hồ và gia nhiệt dung dịch trong bể ổn nhiệt ở nhiệt độ từ 60 °C đến 70 °C trong 2 h. Để nguội dung dịch qua đêm đến nhiệt độ phòng.

Lọc kết tủa bari sulfat qua giấy lọc chảy chậm.

CHÚ THÍCH: Nếu cần, có thể sử dụng một lượng nhỏ bột giấy lọc để tránh các kết tủa mịn có thể lọt qua khi lọc.

Rửa cốc một lần bằng dung dịch nước rửa axit clohydric chứa bari clorua (4.12) và dùng đũa thủy có đầu bịt cao su, lấy kết tủa vẫn còn bám trên thành cốc ra, chuyển kết tủa vào giấy lọc bằng dung dịch nước rửa axit clohydric có chứa bari clorua (4.12). Rửa bên ngoài cốc một vài lần bằng dung dịch tương tự và rửa kết tủa trên giấy lọc bằng nước ấm cho đến khi không còn ion clo trong nước rửa kiểm tra bằng dung dịch bạc nitrat (4.16)

7.4.5 Cân

Đặt giấy lọc và kết tủa ở 7.4.4 vào chén platin đã biết trước khối lượng. Sấy khô và than hóa giấy ở nhiệt độ thấp sau đó cẩn thận nung, đầu tiên nung ở nhiệt độ 500 °C trong 20 min và sau đó nung ở 800 °C trong thời gian tương tự. Để nguội chén trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng và cân khối lượng bari sulfat. Lặp lại quá trình nung ở 800 °C cho đến khi thu được khối lượng không đổi, cân chính xác đến 0,000 1 g.

8 Biểu thị kết quả

8.1 Tính hàm lượng lưu huỳnh

Hàm lượng lưu huỳnh, w_s , tính bằng phần trăm khối lượng, lấy đến số thập phân thứ năm, sử dụng công thức sau:

$$w_s (\%) = \frac{[(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)] \times 0,1374 \times 100}{m_s}$$

$$= \frac{[(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)] \times 13,74}{m_5} \quad (1)$$

trong đó

m_1 là khối lượng chén platin có chứa bari sulfat trong phần mẫu thử, tính bằng gam;

m_2 là khối lượng bì của chén platin dùng để xác định, tính bằng gam;

m_3 là khối lượng chén platin dùng cho phép thử trắng, tính bằng gam;

m_4 là khối lượng bì của chén platin dùng cho phép thử trắng, tính bằng gam;

m_5 là khối lượng phần mẫu thử (7.3), tính bằng gam;

0,137 4 là tỷ lệ khối lượng của lưu huỳnh trong bari sulfat.

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 sau²⁾:

$$r = 0,026 X + 0,004 \quad (2)$$

$$P = 0,027 X + 0,006 \quad (3)$$

$$\sigma_r = 0,009 X + 0,002 \quad (4)$$

$$\sigma_L = 0,007 X + 0,002 \quad (5)$$

trong đó

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

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

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

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

σ_r là độ lệch chuẩn trong cùng phòng thí nghiệm;

σ_L là độ lệch chuẩn giữa các phòng thí nghiệm.

²⁾ Thông tin bổ sung nêu ở Phụ lục B và C.

8.2.2 Chấp nhận kết quả phân tích

Kết quả nhận được với vật liệu chuẩn được chứng nhận phải đảm bảo sao cho chênh lệch giữa kết quả này và giá trị chứng nhận của vật liệu chuẩn là không có ý nghĩa về mặt thống kê. Đối với vật liệu 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:

$$|A_c - A| \leq 2 \sqrt{\frac{s_{Lc}^2 + \frac{s_{wc}^2}{n_{wc}}}{N_c} + \sigma_L^2 + \frac{\sigma_r^2}{n}} \quad (6)$$

trong đó

- A_c là giá trị được chứng nhận;
- A là kết quả hoặc trung bình các kết quả nhận được từ vật liệu chuẩn được chứng nhận;
- S_{Lc} là độ lệch chuẩn giữa các phòng thí nghiệm được chứng nhận;
- S_{wc} là độ lệch chuẩn trong phòng thí nghiệm được chứng nhận;
- n_{wc} là số trung bình các phép thử song song trong các phòng thí nghiệm được chứng nhận;
- N_c là số phòng thí nghiệm được chứng nhận;
- n là số phép thử lặp lại trên mẫu 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 (6), 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 lập lại phép phân tích, đồng thời với phân tích mẫu thử. Nếu chênh lệch vẫn đáng kể, phải lập lại quy trình, sử dụng vật liệu 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 (2) 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 phép phân tích vật liệu 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 vật liệu chuẩn được chứng nhận.

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

- a) 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 lệch chuẩn trung bình phòng thí nghiệm;

- b) nếu việc chứng nhận mới chỉ thực hiện ở một phòng thí nghiệm hoặc nếu thiếu kết quả giữa các phòng thí nghiệm, sử dụng công thức sau:

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

8.2.3 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 năm và làm tròn đến số thập phân thứ ba như sau:

- nếu số thập phân thứ tư nhỏ hơn 5 thì bỏ đi và giữ nguyên số thập phân thứ ba;
- nếu 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 ba lên một đơn vị;
- nếu 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

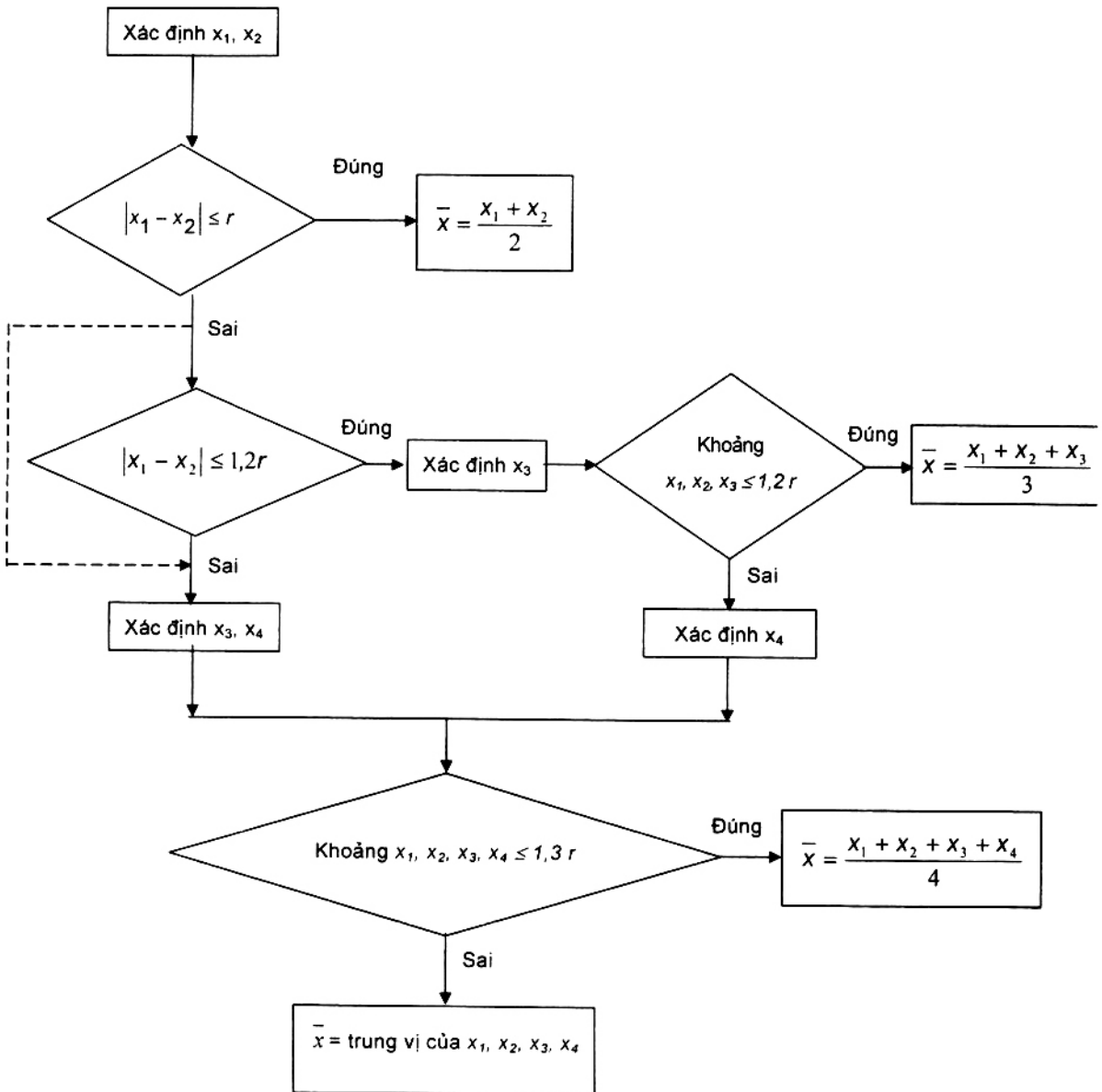
Báo cáo thử nghiệm gồm các thông tin sau:

- 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 vật liệu 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 hồi quy trong 8.2.1 được rút ra từ những kết quả thử của chương trình phân tích quốc tế tiến hành trong năm 1974/1975 thực hiện trên năm mẫu quặng do 23 phòng thí 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 được sử dụng là

Mẫu	Hàm lượng lưu huỳnh, [% (khối lượng)]
Quặng Nimba	0,006
Quặng Kiruna D	0,019
Quặng Rompin	0,078
Quặng Texada	0,255
Cặn thiêu kết (Purpurerz)	0,534

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 440 E, tháng 4/1976) được lưu tại Ban thư ký ISO/TC102/SC2 hoặc Ban thư ký ISO/TC102.

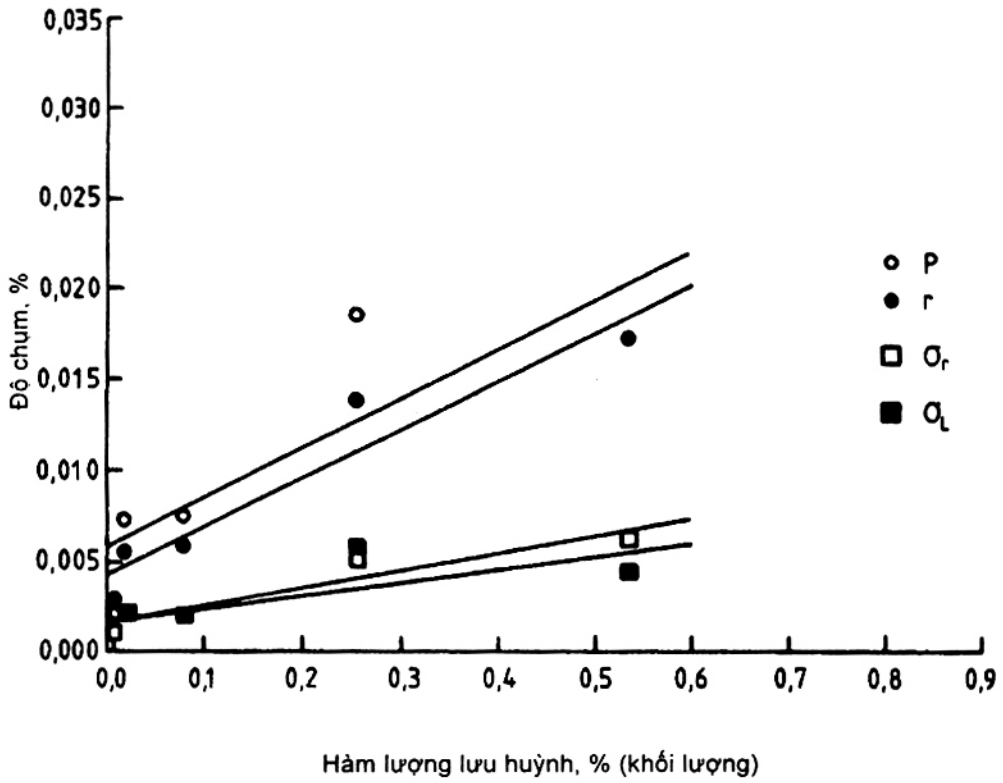
2) Phân tích thống kê được trình bày phù hợp với các nguyên tắc của TCVN 6910 (ISO 5725) *Độ chính xác (độ đúng và độ chụm) của phương pháp đo và kết quả đo – Xác định độ lặp lại và độ tái lập của phương pháp thử tiêu chuẩn bằng các phép thử giữa các phòng thí nghiệm.*

Phụ lục C

(tham khảo)

Các dữ liệu về độ chum 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 chum so với hàm lượng lưu huỳnh X