

**TCVN 12011-3:2017
ISO 6101-3:2014**

**CAO SU - XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG KIM LOẠI BẰNG
PHƯƠNG PHÁP QUANG PHỔ HẤP THỤ NGUYÊN TỬ -
PHẦN 3: XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG ĐỒNG**

*Rubber - Determination of metal content by atomic absorption spectrometry -
Part 3: Determination of copper content*

Mục lục

	Trang
Lời nói đầu	4
1 Phạm vi áp dụng	5
2 Tài liệu viện dẫn	5
3 Nguyên tắc	6
4 Thuốc thử	6
5 Thiết bị, dụng cụ	7
6 Lấy mẫu	8
7 Cách tiến hành	8
8 Biểu thị kết quả	11
9 Độ chụm	13
11 Báo cáo thử nghiệm	13
Phụ lục A (tham khảo) Phương pháp thêm chuẩn	14
Phụ lục B (tham khảo) Độ chụm	16
Thư mục tài liệu tham khảo	18

Lời nói đầu

TCVN 12011-3:2017 hoàn toàn tương đương ISO 6101-3:2014.

TCVN 12011-3:2017 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC45 *Cao su và sản phẩm cao su* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Bộ TCVN 12011 (ISO 6101), *Cao su – Xác định hàm lượng kim loại bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử*, bao gồm các tiêu chuẩn sau:

- TCVN 12011-3:2017 (ISO 6101-3:2014), *Phần 3: Xác định hàm lượng đồng*
- TCVN 12011-4:2017 (ISO 6101-4:2014), *Phần 4: Xác định hàm lượng mangan*

Bộ ISO 6101 *Rubber – Determination of metal content by atomic absorption spectrometry* còn gồm các phần sau:

- ISO 6101-1, *Part 1: Determination of zinc content*
- ISO 6101-2, *Part 2: Determination of lead content*
- ISO 6101-5, *Part 5: Determination of iron content*
- ISO 6101-6, *Part 6: Determination of magnesium content*

Cao su – Xác định hàm lượng kim loại bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử – Phần 3: Xác định hàm lượng đồng

*Rubber – Determination of metal content by atomic absorption spectrometry –
Part 3: Determination of copper content*

CẢNH BÁO: Người sử dụng tiêu chuẩn này phải có kinh nghiệm làm việc trong phòng thử nghiệm thông thường. Tiêu chuẩn này không đề cập đến tất cả các vấn đề an toàn liên quan khi sử dụng. Người sử dụng tiêu chuẩn phải có trách nhiệm thiết lập các biện pháp an toàn và bảo vệ sức khỏe phù hợp với các quy định hiện hành.

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử để xác định hàm lượng đồng chứa trong cao su.

Phương pháp này có thể áp dụng đối với cao su thô và sản phẩm cao su có hàm lượng đồng trên 1 ppm. Hàm lượng đồng thấp hơn giới hạn này cũng có thể xác định được, miễn là có sự điều chỉnh thích hợp đối với phần mẫu thử và/hoặc nồng độ của các dung dịch được sử dụng. Việc sử dụng phương pháp thêm chuẩn có thể hạ thấp ngưỡng phát hiện dưới.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau đây là cần thiết để 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 sửa đổi, bổ sung (nếu có).

TCVN 5598 (ISO 123), *Latex cao su – Lấy mẫu*

TCVN 6086 (ISO 1795), *Cao su thiên nhiên thô và cao su tổng hợp thô – Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu*

TCVN 6087 (ISO 247), *Cao su – Xác định hàm lượng tro*

TCVN 6315 (ISO 124), *Latex cao su – Xác định tổng hàm lượng chất rắn*

TCVN 7150 (ISO 835) *Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh – Pipet chia độ*

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 1772, *Laboratory crucibles in porcelain and silica* (Chén nung thí nghiệm bằng sứ và thạch anh)

ISO 4793, *Laboratory sintered (fritted) filters – Porosity grading, classification and designation* (Bộ lọc thiêu kết (thủy tinh xốp) phòng thí nghiệm – Cấp độ xốp, phân loại và ký hiệu)

3 Nguyên tắc

Phần mẫu thử được tro hóa ở $550\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ theo TCVN 6087 (ISO 247), phương pháp A. Tro được hòa tan trong axit clohydric hoặc axit nitric. Dung dịch được hút vào thiết bị quang phổ hấp thụ nguyên tử và độ hấp thụ được đo ở bước sóng 324,7 nm, sử dụng một đèn catot rỗng cực đồng làm nguồn phát xạ đồng. Tất cả các silicat được làm bay hơi bằng axit sulfuric và axit flohydric.

CHÚ THÍCH: Trong tiêu chuẩn này, áp dụng các thuật ngữ định nghĩa về phổ quy định tại ISO 6955:1982, *Analytical spectroscopic methods – Flame emission, atomic absorption, and atomic fluorescence – Vocabulary* (Phương pháp phổ phân tích – Phát xạ ngọn lửa, hấp thụ nguyên tử và huỳnh quang nguyên tử – Từ vựng).

4 Thuốc thử

Trong quá trình phân tích, trừ khi có quy định khác, chỉ sử dụng thuốc thử cấp phân tích được công nhận và chỉ dùng nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

4.1 Axit clohydric, $\rho_{20} = 1,18\text{ Mg/m}^3$, 37 % (m/m).

4.2 Axit clohydric, pha loãng 1 + 2.

Pha loãng 1 thể tích axit clohydric đậm đặc (4.1) với 2 thể tích nước.

4.3 Axit sulfuric, $\rho_{20} = 1,84\text{ Mg/m}^3$, 95 % (m/m) đến 97 % (m/m).

4.4 Axit sulfuric, pha loãng 1 + 3.

Thận trọng thêm 1 thể tích axit sulfuric đậm đặc (4.3) vào 3 thể tích nước.

4.5 Axit flohydric, $\rho_{20} = 1,13\text{ Mg/m}^3$, 38 % (m/m) đến 40 % (m/m).

4.6 Hydro peroxid 30 % (m/m), dung dịch.

4.7 Axit nitric đậm đặc, $\rho_{20} = 1,41\text{ Mg/m}^3$.

4.8 Axit nitric loãng, 1,6 % (theo khối lượng), chuẩn bị bằng cách dùng pipet cẩn thận nhỏ 11,5 cm³ axit nitric đậm đặc (4.7) vào bình định mức một vạch dung tích 1 000 cm³ đã có sẵn một ít nước, đổ nước đầy đến vạch mức và khuấy kỹ.

4.9 Dung dịch đồng tiêu chuẩn, chứa 1 g Cu trên 1 000 cm³.

Sử dụng dung dịch đồng tiêu chuẩn thương phẩm có sẵn hoặc chuẩn bị như sau:

Cân 1 g đồng điện ly (độ tinh khiết > 99,9 %), chính xác đến 0,1 mg, và hòa tan trong 50 cm³ axit clohydric đậm đặc (4.1). Thêm 15 cm³ dung dịch hydro peroxid (4.6). Sau khi hòa tan, phân hủy hydro peroxid dư bằng cách đun sôi. Để nguội và chuyển định lượng sang bình định mức một vạch dung tích 1 000 cm³ (xem 5.5). Pha loãng đến vạch và khuấy kỹ.

1 cm³ dung dịch tiêu chuẩn này chứa 1000 µg Cu.

4.10 Dung dịch đồng tiêu chuẩn, có chứa 10 mg Cu trên 1 000 cm³.

Dùng pipet cẩn thận lấy 10 cm³ dung dịch đồng tiêu chuẩn gốc (4.9) cho vào bình định mức một vạch dung tích 1 000 cm³ (xem 5.5) và pha loãng đến vạch bằng dung dịch axit clohydric 1 + 2 (4.2) hoặc axit nitric loãng (4.8) và khuấy kỹ. Chuẩn bị dung dịch này trong ngày sử dụng.

1 cm³ dung dịch tiêu chuẩn này chứa 10 µg Cu.

5 Thiết bị, dụng cụ

Các thiết bị, dụng cụ sử dụng thông thường trong phòng thử nghiệm và các thiết bị, dụng cụ sau.

5.1 Thiết bị quang phổ hấp thụ nguyên tử, có trang bị đèn đốt được cấp khí axetylen và không khí, được nén tương ứng đến ít nhất là 60 kPa và 300 kPa và cũng được trang bị một đèn catot rỗng cực đồng làm nguồn phát xạ đồng.

Các thiết bị phải được vận hành theo hướng dẫn của nhà sản xuất để có hiệu năng tối ưu.

Ngoài ra, có thể sử dụng thiết bị nguyên tử hóa nhiệt điện (lò graphit). Thiết bị phải được vận hành bởi người thông thạo theo hướng dẫn của nhà sản xuất để có hiệu năng tối ưu.

5.2 Cân, có độ chính xác đến 0,1 mg.

5.3 Lò muffle, có khả năng duy trì ở nhiệt độ 550 °C ± 25 °C.

5.4 Phễu lọc bằng thủy tinh, kích thước lỗ lọc 16 µm đến 40 µm (độ xốp P40 – theo ISO 4793).

5.5 Bình định mức một vạch, có nút thủy tinh, dung tích 50 cm³, 100 cm³, 200 cm³, 500 cm³ đến 1 000 cm³, phù hợp với các yêu cầu của TCVN 7153 (ISO 1042), loại A.

5.6 Pipet một mức, dung tích 5 cm³, 10 cm³, 20 cm³ và 50 cm³, phù hợp với các yêu cầu của TCVN 7151 (ISO 648), loại A.

5.7 Pipet chia độ, dung tích 1 cm³, phù hợp với các yêu cầu của 7150 (ISO 835), loại A.

5.8 Bếp điện hoặc bếp cách cát.

5.9 Bếp cách thủy.

5.10 Đũa khuấy bằng platin hoặc thủy tinh bo-silicat, dùng để khuấy.

5.11 Chén nung, bằng bạch kim, dung tích 50 cm³ đến 150 cm³ tùy thuộc vào kích cỡ của phần mẫu thử.

5.12 Chén nung, bằng thạch anh, sứ hoặc thủy tinh bo-silicat, dung tích từ 50 cm³ đến 150 cm³ tùy thuộc vào kích cỡ của phần mẫu thử, phù hợp với các yêu cầu của ISO 1772.

5.13 Giấy lọc không tro.

6 Lấy mẫu

Tiến hành lấy mẫu như sau:

- cao su thô: theo TCVN 6086 (ISO 1795);
- latex: theo TCVN 5598 (ISO 123);
- sản phẩm: là đại diện của toàn bộ lô hàng.

7 Cách tiến hành

7.1 Phần mẫu thử

Cân, khoảng từ 1 g đến 5 g sản phẩm cao su và từ 5 g đến 10 g cao su thô, chính xác đến 0,1 mg, nghiền hoặc cắt thật nhỏ vào chén nung thích hợp. Bọc phần mẫu thử trong giấy lọc không tro và đặt vào chén nung thích hợp (5.11 hoặc 5.12). Kích cỡ của phần mẫu thử phải được xem xét dựa trên sự hiểu biết ban đầu về lượng đồng gắn đúng có trong mẫu thử.

Đối với latex cao su tự nhiên cô đặc, lấy một phần latex đã được khuấy kỹ có chứa khoảng 10 g tổng chất rắn, làm thành một màng mỏng bằng cách đổ lên tấm kính, sấy khô đến khối lượng không đổi theo quy định tại TCVN 6315 (ISO 124) và cắt thành miếng nhỏ.

Đối với cao su tự nhiên thô, lấy phần mẫu thử từ mẫu thử được chuẩn bị theo TCVN 6086 (ISO 1795).

7.2 Chuẩn bị dung dịch thử

7.2.1 Phân hủy chất hữu cơ

Tro hóa phần mẫu thử theo phương pháp A của TCVN 6087 (ISO 247), trong lò muffle (5.3), duy trì ở $550\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$. Nếu tro có màu đen, gây nên bởi một lượng nhỏ than đen, khuấy cẩn thận bằng đĩa khuấy platin hoặc đĩa thủy tinh bo-silicat (5.10) và tiếp tục gia nhiệt.

CHÚ THÍCH: Khi khuấy bằng đĩa, tro có thể bám vào đĩa, gây sai số. Do vậy để tránh sai số, cẩn thận thấm ướt tro bằng cách nhỏ một vài giọt nước và sau đó vài giọt axit sulfuric đậm đặc, làm khô trên bếp điện và tiếp tục gia nhiệt.

7.2.2 Hòa tan cặn vô cơ bằng axit clohydric

Sau khi tro hóa, để chén nung cùng tro chứa trong đó nguội đến nhiệt độ phòng. Thêm 20 cm^3 axit clohydric đậm đặc (4.1). Gia nhiệt hỗn hợp trên bếp cách thủy (5.9) trong thời gian ít nhất là 10 min. Không để hỗn hợp phản ứng sôi. Để nguội đến nhiệt độ phòng và chuyển định lượng dung dịch, tráng kỹ bằng nước, sang bình định mức một vạch dung tích 50 cm^3 (5.5). Nếu tro không tan hoàn toàn, tiến hành như sau:

- Chuyển định lượng dung dịch và lượng tro không tan, tráng kỹ bằng nước, sang chén nung bằng bạch kim (5.11). Thêm vài giọt axit sulfuric đậm đặc (4.3) và 5 cm^3 axit flohydric (4.5). Gia nhiệt trên bếp điện hoặc bếp cách cát (5.8) trong tủ hút và cho bay hơi đến khô, đồng thời khuấy bằng đĩa khuấy platin (5.10). Lặp lại quá trình phân hủy này với cùng lượng axit sulfuric và axit flohydric thêm hai lần nữa.
- Để nguội đến nhiệt độ phòng, thêm 20 cm^3 axit clohydric đậm đặc (4.1), gia nhiệt trong thời gian 10 min và chuyển định lượng, tráng kỹ bằng nước, sang bình định mức một vạch dung tích 50 cm^3 (5.5).
- Pha loãng đến vạch bằng nước và khuấy kỹ. Chất không hoà tan có thể lắng xuống và nếu có như vậy phải lọc bỏ bằng cách sử dụng phễu lọc (5.4) ngay trước khi thực hiện phép đo phổ theo 7.3.

Dung dịch thử nghiệm nên chứa khoảng 12 % axit clohydric. Nếu sự bay hơi v.v..., làm giảm hoặc tăng nồng độ này, cần điều chỉnh cho phù hợp bằng axit clohydric đậm đặc (4.1) hoặc nước.

7.2.3 Hòa tan cặn vô cơ bằng axit nitric – Phương pháp thay thế

Thêm 10 cm^3 axit nitric loãng (4.8) vào cặn đã nguội. Đậy bằng kính đồng hồ và gia nhiệt trên bếp cách thủy (5.9) trong thời gian ít nhất 30 min. Để nguội đến nhiệt độ phòng. Lọc dung dịch trong chén nung vào bình định mức một vạch dung tích 50 cm^3 , rửa chén nung và đổ đầy đến vạch bằng axit nitric loãng (4.8).

7.3 Chuẩn bị đường chuẩn

7.3.1 Chuẩn bị dung dịch hiệu chuẩn

7.3.1.1 Dùng pipet (xem 5.6) lấy các lượng dung dịch đồng tiêu chuẩn (4.10) được nêu trong Bảng 1 vào một dãy gồm năm bình định mức một vạch dung tích 100 cm³ (xem 5.5). Pha loãng đến vạch bằng dung dịch axit clohydric 1 + 2 (4.2) hoặc axit nitric loãng (4.8) và khuấy kỹ.

Bảng 1 – Dung dịch hiệu chuẩn tiêu chuẩn

Thể tích của dung dịch đồng tiêu chuẩn cm ³	Khối lượng đồng chứa trong 1 cm ³ µg
50	5
20	2
10	1
5	0,5
0	0

7.3.1.2 Chuẩn bị bộ dung dịch hiệu chuẩn ngay trước khi xác định.

7.3.2 Các phép đo phổ

Bật trước thiết bị đo phổ (5.1) đủ lâu để đảm bảo ổn định. Với ống catot rỗng bằng đồng được đặt phù hợp, điều chỉnh bước sóng đến 324,7 nm, độ nhạy và độ mở của khe hở được điều chỉnh theo đặc trưng của thiết bị.

Điều chỉnh áp suất và lưu lượng không khí và axetylen theo hướng dẫn của nhà sản xuất để có được ngọn lửa không chói sáng, oxy hóa màu xanh, phù hợp với đặc trưng của thiết bị đo phổ cụ thể được sử dụng.

Hút lần lượt các dung dịch hiệu chuẩn vào ngọn lửa và đo độ hấp thụ của mỗi dung dịch hai lần, lấy trung bình các kết quả. Cần lưu ý để tốc độ hút không đổi trong suốt quá trình này. Cần đảm bảo rằng ít nhất một dung dịch hiệu chuẩn có nồng độ bằng hoặc thấp hơn nồng độ của chất cần phân tích được phát hiện được trong cao su cần thử nghiệm.

Hút nước qua buồng đốt sau mỗi lần đo.

7.3.3 Dụng đường chuẩn

Vẽ đồ thị có hoành độ, ví dụ, là các lượng đồng chứa trong 1 cm³, tính bằng microgam, các dung dịch hiệu chuẩn và tung độ là các giá trị tương ứng của độ hấp thụ đã được điều chỉnh với

độ hấp thụ của mẫu trắng hiệu chuẩn. Vẽ đường thẳng hồi quy khớp nhất với các điểm trên đồ thị theo đánh giá trực quan hoặc theo phương pháp tính bình phương nhỏ nhất.

7.4 Xác định

7.4.1 Các phép đo phổ

Thực hiện hai lần phép đo phổ ở bước sóng 324,7 nm trên dung dịch thử nghiệm chuẩn bị theo 7.2.2 hoặc 7.2.3, theo quy trình quy định tại 7.3.2.

7.4.2 Pha loãng

Nếu sự đáp ứng thiết bị đối với dung dịch thử nghiệm lớn hơn sự đáp ứng thiết bị đối với dung dịch hiệu chuẩn có hàm lượng đồng cao nhất thì pha loãng sao cho thích hợp bằng dung dịch axit clohydric 1 + 2 (4.2) hoặc bằng axit nitric loãng (4.8), theo quy trình sau.

Dùng pipet cẩn thận lấy một lượng dung dịch thử thích hợp ($V \text{ cm}^3$) vào bình định mức một vạch dung tích 100 cm^3 (xem 5.5) sao cho nồng độ đồng nằm trong phạm vi dải nồng độ của các dung dịch hiệu chuẩn. Pha loãng đến vạch bằng axit clohydric 1 + 2 (4.2) hoặc bằng axit nitric loãng (4.8). Lặp lại các phép đo phổ.

CHÚ THÍCH: Để tăng độ tin cậy của phương pháp thử, có thể sử dụng phương pháp thêm chuẩn (xem Phụ lục A).

7.5 Phép thử trắng

Tiến hành thử nghiệm với mẫu trắng song song với việc xác định dung dịch thử nghiệm, sử dụng axit clohydric 1 + 2 (4.2) hoặc axit nitric loãng (4.8), nhưng không có phần mẫu thử.

Nếu chuẩn bị dung dịch thử liên quan đến việc sử dụng axit sulfuric và axit flohydric, chuẩn bị dung dịch thử nghiệm trắng bằng cách lặp lại quy trình đó, nhưng không có phần mẫu thử.

7.6 Số lần xác định

Thực hiện quy trình xác định theo hai lần lặp lại, sử dụng các phần mẫu thử riêng biệt lấy từ cùng một mẫu đã đồng nhất.

8 Biểu thị kết quả

8.1 Đọc hàm lượng đồng của dung dịch thử nghiệm trực tiếp từ đường chuẩn được vẽ theo 7.3.3. Hàm lượng đồng của phần mẫu thử, biểu thị dưới dạng phần trăm khối lượng, được tính theo công thức (1):

$$\frac{\rho(\text{Cu})_t - \rho(\text{Cu})_b}{200m} \times f \quad (1)$$

trong đó:

$\rho(Cu)_t$ là hàm lượng đồng của dung dịch thử, đọc từ đường chuẩn, tính bằng microgam trên một centimet khối;

$\rho(Cu)_b$ là hàm lượng đồng của dung dịch thử trắng, đọc từ đường chuẩn, tính bằng microgam trên một centimet khối;

m là khối lượng phần mẫu thử, tính bằng gam;

f là hệ số pha loãng của dung dịch thử, nếu cần (xem 7.4.2), được tính theo công thức:

$$f = \frac{100}{V}$$

trong đó:

V là thể tích, của dung dịch thử theo 7.4.2, tính bằng centimet khối.

8.2 Hàm lượng đồng của phần mẫu thử cũng có thể được tính toán, tính bằng microgam trên một centimet khối, của dung dịch thử, theo công thức (2):

$$\frac{\rho(Cu)_t - \rho(Cu)_b}{200m} \times f \quad (2)$$

trong đó:

$\rho(Cu)_t$ là hàm lượng đồng của dung dịch thử, tính bằng microgam trên một centimet khối, theo công thức (3):

$$\rho(Cu)_t = \frac{A_t \times \rho(Cu)_n}{A_n} \quad (3)$$

$\rho(Cu)_b$ là hàm lượng đồng của dung dịch thử trắng, tính bằng microgam trên một centimet khối, theo công thức (4):

$$\rho(Cu)_b = \frac{A_b \times \rho(Cu)_n}{A_n} \quad (4)$$

trong đó

A_t là độ hấp thụ của dung dịch thử;

A_b là độ hấp thụ của dung dịch thử trắng;

A_n là độ hấp thụ của dung dịch hiệu chuẩn tiêu chuẩn có hàm lượng đồng gần nhất với độ hấp thụ của dung dịch thử nghiệm;

$\rho(Cu)_n$ là hàm lượng đồng của dung dịch hiệu chuẩn tiêu chuẩn có độ hấp thụ gần nhất với độ hấp thụ của dung dịch thử, tính bằng microgam trên một centimet khối;

m là khối lượng phần mẫu thử, tính bằng gam;

f là hệ số pha loãng của dung dịch thử, nếu cần (xem 7.4.2), được tính theo công thức:

$$f = \frac{100}{V}$$

trong đó:

V là thể tích, của dung dịch thử theo 7.4.2, tính bằng centimet khối.

8.3 Kết quả thử nghiệm là trung bình của hai phép xác định, làm tròn đến hai chữ số thập phân khi nồng độ đồng được biểu thị dưới dạng phần trăm và làm tròn đến số nguyên gần nhất khi nồng độ được biểu thị bằng miligam trên kilôgam.

8.4 Báo cáo hàm lượng đồng dưới dạng phần trăm nếu lớn hơn hoặc bằng 0,1 % hoặc miligam trên kilôgam nếu nhỏ hơn 0,1 %.

9 Độ chụm

Xem Phụ lục B.

10 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải bao gồm các thông tin sau:

- viện dẫn tiêu chuẩn này [TCVN 12011-3 (ISO 6101-3)];
- tất cả các thông tin chi tiết cần thiết để nhận dạng đầy đủ sản phẩm được thử nghiệm;
- phương pháp lấy mẫu được sử dụng;
- loại thiết bị được sử dụng (thiết bị đo phổ lò lửa hay graphit);
- các kết quả nhận được và các đơn vị tính của các kết quả;
- đặc điểm bất thường bất kỳ ghi nhận được trong khi xác định;
- thao tác bất kỳ không bao gồm trong tiêu chuẩn này, hoặc trong các tiêu chuẩn viện dẫn, cũng như sự cố bất kỳ có thể ảnh hưởng đến các kết quả.

Phụ lục A
(tham khảo)

Phương pháp thêm chuẩn

Phương pháp thêm chuẩn cung cấp cho các nhà phân tích công cụ hiệu quả để tăng độ chính xác cho phân tích hấp thụ nguyên tử.

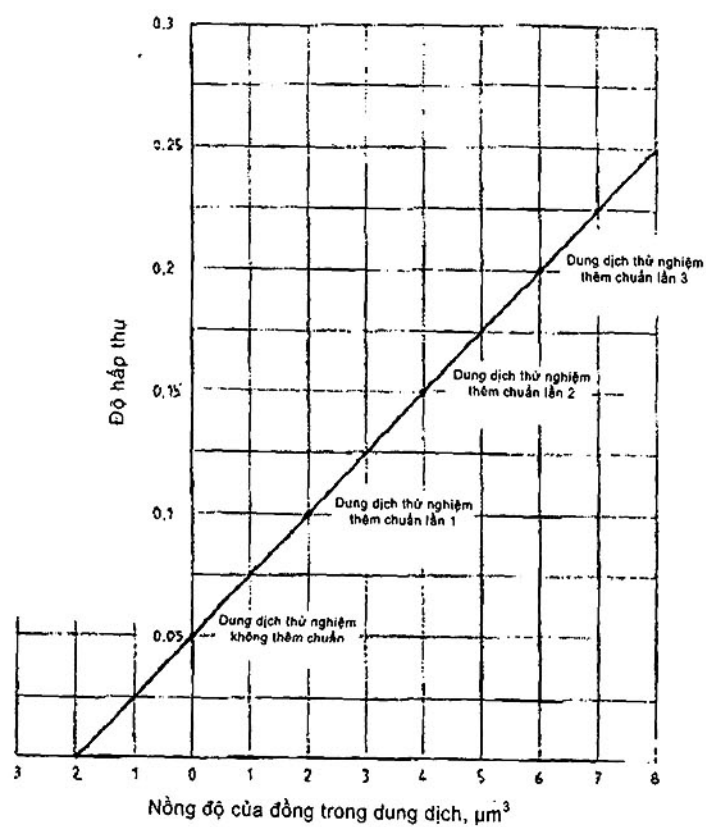
Phương pháp được sử dụng cho các mẫu có chứa nồng độ chưa biết của các vật liệu nền, với các mẫu khó thực hiện lặp lại với các mẫu trắng và/hoặc khi cần phải hạ thấp giới hạn phát hiện.

Phương pháp thêm chuẩn có thể tìm được trong tài liệu tiêu chuẩn bất kỳ về hấp thụ nguyên tử và thường được mô tả trong sách hướng dẫn sử dụng kèm theo thiết bị quang phổ hấp thụ nguyên tử.

Ví dụ sau minh họa cho phương pháp.

- Lấy từ dung dịch thử nghiệm được chuẩn bị như mô tả tại 7.2 bốn phần nhỏ dung dịch có dung tích như nhau. Bổ sung những lượng dung dịch đồng tiêu chuẩn khác nhau định trước vào ba dung dịch nói trên. Đổ đến cùng mức tổng thể tích cho tất cả bốn dung dịch. Sử dụng các nồng độ nằm trên phần tuyến tính của đường chuẩn.
- Đo độ hấp thụ của từng dung dịch trong bốn dung dịch thu được như trên.
- Vẽ độ hấp thụ trên trục y và nồng độ, tính bằng microgam đồng trên centimet khối dung dịch, trên trục x.
- Ngoại suy đường thẳng để cắt trục x (độ hấp thụ bằng 0). Nồng độ đồng trong dung dịch thử tại điểm giao với trục x.

Ví dụ được thể hiện trong Hình A.1.



Hình A.1 – Ví dụ về đồ thị thu được bằng cách sử dụng phương pháp thêm chuẩn

Phụ lục B

(tham khảo)

Độ chụm

Độ chụm của phương pháp thử được xác định phù hợp với ISO/TR 9272. Tham khảo ISO/TR 9272 về các thuật ngữ và các chi tiết thống kê khác.

Các dữ liệu về độ chụm được nêu trong Bảng B.1. Không sử dụng các thông số về độ chụm để chấp nhận hoặc loại bỏ bất kỳ nhóm vật liệu nào mà không có tài liệu hướng dẫn về các thông số có thể được áp dụng cho các vật liệu cụ thể đó và cho các quy trình thử nghiệm cụ thể của phương pháp thử. Độ chụm được trình bày trên cơ sở độ tin cậy 95 % đối với các giá trị được thiết lập cho độ lặp lại, r , và độ tái lập, R .

Những kết quả nêu trong Bảng B.1 là giá trị trung bình và đưa ra dự đoán về độ chụm của phương pháp thử này như đã được xác định trong chương trình thử nghiệm liên phòng, thực hiện vào năm 2012, với bảy phòng thử nghiệm tham gia, thực hiện phân tích lặp lại trên hai mẫu, A và B, được chuẩn bị từ latex cao su thiên nhiên cô đặc hàm lượng amoniac cao. Trước khi latex khối được lấy các mẫu nhỏ vào hai chai dán nhãn A và B, lọc và đồng nhất bằng cách khuấy kỹ. Như vậy, về cơ bản, mẫu A và B là như nhau và được coi là như nhau trong các tính toán thống kê. Mỗi phòng thử nghiệm tham gia được yêu cầu phải thực hiện thử nghiệm, sử dụng hai mẫu này, vào ngày được giao.

Độ chụm Loại 1 được đánh giá dựa trên phương pháp lấy mẫu sử dụng cho các chương trình thử nghiệm liên phòng.

Độ lặp lại: Độ lặp lại r (theo đơn vị đo) của phương pháp thử được thiết lập là các giá trị thích hợp như được trình bày trong Bảng B.1. Hai kết quả thử nghiệm đơn lẻ, thu được trong cùng một phòng thử nghiệm cũng theo quy trình của phương pháp thử thông thường, mà chênh lệch nhiều hơn những giá trị r được liệt kê trong bảng (đối với mức cho trước bất kỳ) phải được coi là có xuất xứ từ các tập hợp mẫu khác nhau hoặc từ các tập hợp mẫu không đồng nhất.

Độ tái lập: Độ tái lập R (theo đơn vị đo) của phương pháp thử được thiết lập là các giá trị thích hợp như được trình bày trong Bảng B.1. Hai kết quả thử nghiệm đơn lẻ, thu được trong các phòng thử nghiệm khác nhau theo các quy trình của phương pháp thử thông thường, mà chênh lệch nhiều hơn những giá trị R được liệt kê trong bảng (đối với mức cho trước bất kỳ) phải được coi là có xuất xứ từ các tập hợp mẫu khác nhau hoặc từ các tập hợp mẫu không đồng nhất.

Độ chệch: Trong thuật ngữ của phương pháp thử, độ chệch là sự chênh lệch giữa giá trị thử nghiệm trung bình và giá trị của tính chất thử nghiệm của mẫu đối chứng (hoặc giá trị thực). Các giá trị đối chứng không tồn tại đối với phương pháp thử này do giá trị (của tính chất

thử nghiệm) được xác định chuyên biệt bằng phương pháp thử. Do vậy, độ chệch có thể không được xác định đối với phương pháp cá biệt này.

**Bảng B.1 – Dữ liệu về độ chụm đối với phép xác định đồng
trong latex cao su thiên nhiên cô đặc**

Kết quả trung bình $\mu\text{g}/\text{cm}^3$	Trong cùng phòng thử nghiệm		Giữa các phòng thử nghiệm	
	s_r	r	S_R	R
2,57	0,41	1,16	0,81	2,30
s_r là độ lệch chuẩn trong cùng phòng thử nghiệm r là độ lặp lại (tính bằng đơn vị đo) S_R là độ lệch chuẩn giữa các phòng thử nghiệm R là độ tái lập (tính bằng đơn vị đo)				

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] ISO/TR 9272, *Rubber and rubber products – Determination of precision for test method standards* (Cao su và sản phẩm cao su – Xác định độ chụm đối với tiêu chuẩn phương pháp thử).
-