

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

**TCVN 8014 : 2009
ISO 13312 : 2006**

Xuất bản lần 1

**QUẶNG SẮT – XÁC ĐỊNH KALI –
PHƯƠNG PHÁP QUANG PHỔ HẤP THỤ
NGUYÊN TỬ NGỌN LỬA**

*Iron ores – Determination of potassium –
Flame atomic absorption spectrometric method*

HÀ NỘI - 2009

Lời nói đầu

TCVN 8014 : 2009 hoàn toàn tương đương với ISO 13312 : 2006.

TCVN 8014 : 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.

Quặng sắt – Xác định kali – Phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa

*Iron ores – Determination of potassium –
Flame atomic absorption spectrometric 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 quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa để xác định hàm lượng kali trong quặng sắt.

Phương pháp này áp dụng cho dải hàm lượng kali từ 0,002 5 % (khối lượng) đến 0,52 % (khối lượng) trong quặng sắt nguyên khai, tinh quặng sắt 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.

TCVN 4851 (ISO 3636) Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử.

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).

ISO 11323 Iron ore and direct reduced iron – Vocabulary (Quặng sắt và sắt hoàn nguyên trực tiếp – Từ vựng)

3 Thuật ngữ và định nghĩa

Tiêu chuẩn này sử dụng các thuật ngữ và định nghĩa nêu trong ISO 11323.

4 Nguyên tắc

Phân hủy phần mẫu thử bằng cách xử lý với axit clohydric và axit flohydric, sau đó làm bay hơi đến khô. Làm ướt cặn và làm bay hơi lại bằng phần axit clohydric mới. Hòa tan cặn bằng axit clohydric và pha loãng. Phun dung dịch vào ngọn lửa không khí/acetylen của máy hấp thụ nguyên tử.

So sánh giá trị độ hấp thụ thu được đối với kali với giá trị độ hấp thụ thu được từ các dung dịch hiệu chuẩn.

5 Hoá chất, thuốc thử

Trong quá trình phân tích, chỉ sử dụng thuốc thử tinh khiết phân tích và nước phù hợp với loại 2 của TCVN 4851 (ISO 3696).

Hóa chất, thuốc thử được lựa chọn hoặc làm tinh khiết để có giá trị phép thử trắng nhỏ nhất.

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

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

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

5.4 Dung dịch nền

Hòa tan 43 g bột sắt oxit¹ có độ tinh khiết cao trong 500 ml axit clohydric (5.1). Để nguội và pha loãng bằng nước đến 1 000 ml.

5.5 Kali, dung dịch tiêu chuẩn, 20 μ g K/ml

Nghiền nhỏ khoảng 3 g kali clorua có độ tinh khiết cao trong cối đá mã não, sấy khô trong tủ sấy ở nhiệt độ 105 °C đến 110 °C trong 2 h, và để nguội đến nhiệt độ phòng trong bình hút ẩm. Hòa tan 1,907 g trong nước, pha loãng bằng nước đến 1 000 ml trong bình định mức và lắc đều.

Chuyển² 10,0 ml dung dịch này vào bình định mức 500 ml. Pha loãng bằng nước đến vạch mức và lắc đều.

¹ Cho phép sử dụng sắt kim loại với chất oxy hóa thích hợp thay cho sắt oxit. (Hàm lượng kiềm của chất oxy hóa phải thấp).

² Có thể dùng dụng cụ thủy tinh

Bảo quản dung dịch tiêu chuẩn này trong chai nhựa.

1 ml dung dịch tiêu chuẩn này chứa 20 µg kali.

6 Thiết bị, dụng cụ

Thiết bị, dụng cụ thường dùng trong phòng thí nghiệm, bao gồm pipet một vạch, bình định mức phù hợp với các quy định về độ chính xác của TCVN 7151 (ISO 648) và TCVN 7153 (ISO 1042), và

6.1 Cốc polytetrafluoretylen (PTFE), dung tích 100 ml, có nắp PTFE.

6.2 Thanh khuấy từ được bọc lớp PTFE.

6.3 Bom phân hủy bằng PTFE.

6.4 Pipet nhựa.

6.5 Bình định mức và chai đựng bằng nhựa.

6.6 Tấm gia nhiệt có khuấy từ.

CHÚ THÍCH Có thể sử dụng cốc bạch kim để thay cho cốc PTFE.

Ngoài các trường hợp cho phép, cần tránh dùng các dụng cụ thủy tinh vì các dụng cụ này có thể làm bẩn dung dịch.

Để thu được các giá trị tin cậy, dụng cụ phải được làm sạch và kiểm tra như sau.

a) Tia rửa toàn bộ dụng cụ đo thể tích, kể cả các pipet dùng để chuẩn bị dung dịch xây dựng đường chuẩn, trước khi sử dụng bằng axit clohydric loãng (5.3). Định kỳ kiểm tra hiệu chuẩn hoặc khi cần.

b) Làm sạch bình PTFE và thanh khuấy bằng cách khuấy với 50 ml axit clohydric loãng (5.3) và gia nhiệt trong 15 min. Bỏ toàn bộ phần nước rửa và tiến hành phép thử trắng lần lượt cho từng bình, theo đúng quy định trong 8.3. Nếu bất kỳ giá trị độ hấp thụ nào cao hơn giới hạn quy định trong 8.3, lặp lại quy trình làm sạch hoặc phải sử dụng các axit có độ tinh khiết cao hơn. Không dùng tay cầm thanh khuấy trong bất kỳ công đoạn nào.

c) Cốc bạch kim, sử dụng riêng để phân tích kali theo tiêu chuẩn này, có thể làm sạch bằng phương pháp tương tự như với bình PTFE [xem b)]. Cách khác, có thể làm sạch trước bằng cách nung với lithi tetraborat hoặc lithi borat, cho đến khi số đọc độ hấp thụ giảm xuống đến số đọc đối với riêng muối lithi.

d) Trước khi sử dụng tia rửa chai đựng bằng axit clohydric loãng (5.3).

6.7 Máy quang phổ hấp thụ nguyên tử

CẢNH BÁO Phải theo hướng dẫn của nhà sản xuất, khi đốt và dập tắt ngọn lửa không khí – axetylen để tránh nguy cơ có thể nổ. Phải mang kính màu an toàn khi đầu đốt làm việc.

TCVN 8014 : 2009

Máy quang phổ hấp thụ nguyên tử sử dụng trong phương pháp này phải đáp ứng các tiêu chí sau:

- Độ nhạy tối thiểu* – độ hấp thụ của dung dịch xây dựng đường chuẩn có nồng độ cao nhất (xem 8.4.3) phải có giá trị ít nhất là 0,25.
- Độ tuyến tính* – độ dốc của đường chuẩn bao trùm nồng độ trên 20 % dưới điểm cao nhất của nồng độ (biểu thị bằng sự thay đổi độ hấp thụ) không nhỏ hơn 0,7 của giá trị độ dốc ở nồng độ dưới 20 % khi xác định theo cùng phương pháp.
- Độ ổn định tối thiểu* – độ lệch chuẩn của độ hấp thụ của dung dịch xây dựng đường chuẩn có nồng độ cao nhất và độ lệch chuẩn của dung dịch xây dựng đường chuẩn zero, được tính từ số lượng đủ lớn các phép đo lặp lại tương ứng, phải nhỏ hơn 1,5 % và 0,5 % của giá trị trung bình độ hấp thụ của dung dịch xây dựng đường chuẩn có nồng độ cao nhất.

Nên sử dụng thiết bị ghi bằng biểu đồ và/hoặc thiết bị hiện số để đánh giá các tiêu chí a), b) và c) và cho các loạt phép đo tiếp theo.

CHÚ THÍCH Thông số thiết bị có thể thay đổi với từng loại. Các thông số sau đã được sử dụng tốt trong nhiều phòng thí nghiệm và có thể sử dụng như các hướng dẫn.

– Dòng đèn catốt rỗng (mA)	10
– Bước sóng (nm)	766,5
– Tốc độ dòng không khí (L/min)	10
– Tốc độ dòng axetylen (L/min)	2

Trong hệ thống không sử dụng các giá trị tốc độ dòng khí nêu trên, thì tỷ lệ của tốc độ dòng khí này là các hướng dẫn hữu ích để tham khảo.

7 Lấy mẫu và mẫu thử

7.1 Mẫu phòng thử 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 hoá, sử dụng cỡ hạt nhỏ hơn 160 μm .

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).

7.2 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 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).

8 Cách tiến hành

8.1 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 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.

8.2 Phân mẫu thử

Lấy một số mẫu đơn, cân khoảng 0,2 g đến 0,5 g (tùy theo hàm lượng kali) mẫu thử đã sấy sơ bộ theo 7.2, chính xác đến 0,000 2 g.

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

8.3 Phép thử trắng và phép thử kiểm tra

Trước khi tiến hành xử lý phần mẫu thử, đảm bảo rằng đã áp dụng quy trình làm sạch trong 6.6 (xem các điều), cùng với chất lượng của thuốc thử được sử dụng, quy trình này cho giá trị phép thử trắng xác định kali không lớn hơn giá trị tương đương 0,002 % (khối lượng) kali trong quặng.

Trong mỗi loạt phép thử, tiến hành song song một phép thử trên mẫu thử với một phép thử trắng và một phép thử mẫu chuẩn được chứng nhận cùng loại với mẫu quặng trong cùng một điều kiện. Mẫu thử đã sấy sơ bộ của mẫu chuẩn được chứng nhận phải được chuẩn bị như quy định tại 7.2.

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.

Mẫu chuẩn được chứng nhận phải cùng loại với mẫu phân tích và tính chất của hai vật liệu phải gần giống nhau để đảm bảo, trong cả hai trường hợp không cần thiết có thay đổi đáng kể trong quy trình phân tích. Khi không có mẫu chuẩn được chứng nhận, có thể sử dụng mẫu chuẩn (xem 9.2.4).

8.4 Phép xác định

Để tránh sự nhiễm bẩn trong quá trình phân tích, cần chú ý:

- a) tránh không để ngón tay tiếp xúc với mẫu, dung dịch và thành khuấy,
- b) không dùng miệng để hút pipet.

8.4.1 Phân hủy phần mẫu thử

Chuyển phần mẫu thử (8.2) vào trong cốc PTFE 100 ml (6.1)³⁾, tắm ướt bằng vài giọt nước, sau đó thêm 10 ml axit clohydric (5.1) và 10 ml axit flohydric (5.2). Cho thanh khuấy từ được bọc một lớp PTFE vào, đặt cốc bằng nắp PTFE. Điều chỉnh nhiệt độ tắm gia nhiệt có khuấy từ (6.6) sao cho nhiệt độ nước khoảng 98 °C, được duy trì trong cốc PTFE đã đặt nắp. Đun nóng và khuấy trong 45 min hoặc đến khi không còn phân hủy phần mẫu thử. Mở nắp, ngừng khuấy, để thanh khuấy lại trong dung dịch, và làm bay hơi đến khô. Cho thêm 5 ml axit clohydric (5.1) và làm bay hơi lại đến khô. Hòa tan muối trong 5 ml axit clohydric (5.1) và 40 ml nước, và sau đó chuyển vào bình định mức nhựa 100 ml (6.5). Pha loãng bằng nước đến vạch mức và lắc đều.

CHÚ THÍCH Nếu có một lượng cặn đáng kể còn lại, tiến hành quá trình phân hủy trong bom phân hủy PTFE có khuấy (6.3) trong 45 min ở 160 °C.

8.4.2 Xử lý dung dịch thử

Nếu nồng độ dung dịch kali quá cao, cần pha loãng dung dịch thử. Sử dụng pipet nhựa (6.4) chuyển y ml dung dịch thử vào bình định mức nhựa 100 ml, cho thêm $0,1 \times (100 - y)$ ml dung dịch nền (5.4), pha loãng bằng nước đến vạch mức và lắc đều (xem Bảng 1).

Dung dịch thử đã pha loãng được xác định đồng thời với dung dịch thử trắng pha loãng, có chứa cùng một lượng tương đương dung dịch nền như dung dịch thử. Chuẩn bị dung dịch thử trắng pha loãng như sau: dùng pipet lấy y ml dung dịch thử trắng vào bình định mức nhựa 100 ml, cho thêm $0,1 \times (100 - y)$ ml dung dịch nền, pha loãng bằng nước đến vạch mức và lắc đều.

Bảng 1 – Hướng dẫn pha loãng dung dịch thử

Dãi hàm lượng kali, % (khối lượng)	Phần dung dịch từ 100 ml (y)
Từ 0,002 đến 0,06	-
Từ 0,060 đến 0,20	30,0
Từ 0,20 đến 0,60	10,0
Từ 0,60 đến 1,00	5,0

8.4.3 Chuẩn bị dãy dung dịch xây dựng đường chuẩn

Từ dung dịch kali tiêu chuẩn (5.5), chuẩn bị dung dịch xây dựng đường chuẩn như sau:

Dùng pipet nhựa, chuyển 0 ml; 2,0 ml; 5,0 ml; 10,0 ml; 15,0 ml dung dịch kali tiêu chuẩn (5.5), lần lượt vào bình định mức nhựa 100 ml. Dùng pipet nhựa cho thêm 10 ml dung dịch nền (5.4) vào mỗi bình, pha loãng bằng nước đến vạch mức và lắc đều. Đây là các dung dịch xây dựng đường chuẩn có dải nồng độ từ 0 µg K/ml đến 3 µg K/ml và chứa 3 000 µg Fe/ml.

Bảo quản dung dịch xây dựng đường chuẩn trong chai nhựa.

³⁾ Xem chú thích điều 6.6.

8.4.4 Điều chỉnh máy quang phổ hấp thụ nguyên tử

Đánh giá độ nhạy của thiết bị như quy định tại 6.7. Đặt bước sóng đối với kali (766,5 nm) để nhận được độ hấp thụ cực tiểu. Sau 10 min gia nhiệt đầu đốt, vừa phun dung dịch chuẩn có nồng độ cao nhất (8.4.3) vừa chỉnh dòng nhiên liệu và vị trí đầu đốt để thu được độ hấp thụ cực đại. Phun nước và dung dịch xây dựng đường chuẩn để thiết lập số đọc độ hấp thụ không bị trôi và sau đó đặt số đo nước về độ hấp thụ bằng zero.

8.4.5 Phép đo độ hấp thụ nguyên tử

Phun các dung dịch xây dựng đường chuẩn và dung dịch thử hoặc dung dịch thử pha loãng theo thứ tự độ hấp thụ tăng dần, bắt đầu từ dung dịch thử trắng hoặc dung dịch thử trắng pha loãng và dung dịch xây dựng đường chuẩn zero. Khi nhận được tín hiệu ổn định cho từng dung dịch, ghi lại số đọc. Phun dung dịch thử hoặc dung dịch thử pha loãng tại điểm thích hợp trong dãy đường chuẩn và ghi lại số đọc. Phun nước giữa mỗi lần phun dung dịch xây dựng đường chuẩn và dung dịch thử. Lặp lại phép đo ít nhất hai lần.

Độ hấp thụ thực của mỗi dung dịch xây dựng đường chuẩn thu được bằng cách trừ đi độ hấp thụ trung bình của dung dịch xây dựng đường chuẩn zero. Tương tự, độ hấp thụ thực của dung dịch thử hoặc dung dịch thử pha loãng thu được bằng cách trừ đi độ hấp thụ của dung dịch thử trắng tương ứng.

Xây dựng đường chuẩn bằng cách dựng đồ thị giá trị độ hấp thụ thực của dung dịch xây dựng đường chuẩn theo nồng độ kali tính bằng microgam trên mililit, (dung dịch thử hoặc nếu pha loãng, dung dịch thử pha loãng là dung dịch thử cuối cùng).

Tính chuyển giá trị độ hấp thụ thực của dung dịch thử cuối cùng ra microgam kali trên mililit bằng đường chuẩn.

Với số đọc nồng độ, có thể tính nồng độ từ độ hấp thụ cho phép kiểm tra độ tuyến tính của đồ thị và giá trị phép thử trắng.

9 Biểu thị kết quả

9.1 Tính hàm lượng kali

Hàm lượng kali, w_K , tính bằng phần trăm khối lượng, lấy đến năm số thập phân, đối với hàm lượng cao hơn 0,01 % (khối lượng), và lấy đến sáu số thập phân đối với hàm lượng thấp hơn 0,01 % (khối lượng), sử dụng công thức

$$w_K = \frac{\rho_M}{m_1 \times 100} \quad (1)$$

trong đó

W_K là hàm lượng kali trong mẫu thử, tính bằng phần trăm khối lượng;

ρ_M là nồng độ kali trong dung dịch thử cuối cùng, tính bằng microgam trên mililit;

m_1 là khối lượng mẫu thử tương ứng trong 100 ml dung dịch thử cuối cùng (8.4.5), tính bằng gam, tính theo công thức

$$m_1 = \frac{m \times V}{100}$$

trong đó

m là khối lượng phần mẫu thử (8.2), tính bằng gam;

V là thể tích dung dịch lấy trong 8.4.2, tính bằng mililit. Khi không pha loãng lấy $V = 100$.

9.2 Xử lý chung các kết quả

9.2.1 Độ lặp lại và sai số cho phép

Độ chụm của phương pháp phân tích biểu thị bằng các phương trình hồi quy sau⁴

$$R_d = 0,024\ 3 \times 0,5653 \quad (2)$$

$$P = 0,044\ 0 \times 0,5908 \quad (3)$$

$$\sigma_d = 0,008\ 6 \times 0,5653 \quad (4)$$

$$\sigma_L = 0,014\ 3 \times 0,5969 \quad (5)$$

trong đó

X (tức là w_K) được tính như sau:

- dùng công thức (2) và (4) trong cùng phòng thí nghiệm: trung bình số học của kết quả song song;
- dùng công thức (3) và (5) giữa các phòng thí nghiệm: trung bình số học kết của quả cuối cùng (9.2.5) của hai phòng thí nghiệm.

R_d là giới hạn kết quả song song độc lập;

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

σ_d là độ lệch chuẩn của kết quả song song độc lập;

σ_L là độ lệch chuẩn giữa các phòng thí nghiệm.

⁴ Thông tin bổ xung nêu trong Phụ lục B và C.

9.2.2 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, và nhận được kết quả cuối cùng μ (xem 9.2.5) của phòng thí nghiệm.

9.2.3 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 cuối cùng của hai phòng thí nghiệm. Giả thiết rằng hai phòng thí nghiệm tiến hành cùng quy trình đã mô tả trong 9.2.2.

Tính đại lượng sau

$$\mu_{12} = \frac{\mu_1 + \mu_2}{2} \quad (6)$$

trong đó

- μ_1 là kết quả cuối cùng của phòng thí nghiệm 1;
- μ_2 là kết quả cuối cùng của phòng thí nghiệm 2;
- μ_{12} là giá trị trung bình của các kết quả thử nghiệm.

Thay μ_{12} cho X trong công thức (3) và tính P .

Nếu $|\mu_1 - \mu_2| \leq P$, kết quả cuối cùng được chấp nhận.

9.2.4 Kiểm tra độ đúng

Độ đúng của phương pháp phân tích phải được kiểm tra bằng cách sử dụng mẫu chuẩn được chứng nhận (CRM) hoặc mẫu chuẩn (RM) (xem đoạn cuối của 8.3). Tính kết quả phân tích (μ_c) đối với RM/CRM sử dụng các quy trình trong 8.1 và 8.2, rồi so sánh 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 phân tích 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 phân tích và giá trị chuẩn/chứng nhận có ý nghĩa về mặt thống kê;

trong đó

- μ_c là kết quả 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.

Các mẫu chuẩn được chứng nhận sử dụng cho mục đích này phải được chuẩn bị và chứng nhận theo ISO Guide 35 *Mẫu chuẩn – Nguyên tắc chung và nguyên tắc thống kê để chứng nhận*.

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

$$C = 2 \left[\sigma_L^2 + \frac{\sigma_d^2}{n} + V(A_c) \right]^{1/2} \quad (7)$$

trong đó

$V(A_c)$ là phương sai của giá trị chứng nhận chuẩn A_c ($= 0$ đối với CRM/RM do một phòng thí nghiệm chứng nhận);

n là số phép thử lặp lại đã tiến hành trên CRM/RM.

Tránh sử dụng CRM do một phòng thí nghiệm chứng nhận, trừ khi biết được giá trị chứng nhận không có độ chệch.

9.2.5 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 tại Phụ lục A, tính đến năm số thập phân đối với hàm lượng kali cao hơn 0,01 % (khối lượng) và lấy đến sau số thập phân đối với hàm lượng kali thấp 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 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) nếu số thập phân thứ tư nhỏ hơn 5 thì bỏ đi và giữ nguyên số thập phân thứ ba;
- b) 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 thứ ba lên một đơn vị;
- c) 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.

9.3 Tính hàm lượng kali oxit

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

$$w_{K_2O} = 1,2046 \times w_K \quad (8)$$

10 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm gồm các thông tin sau:

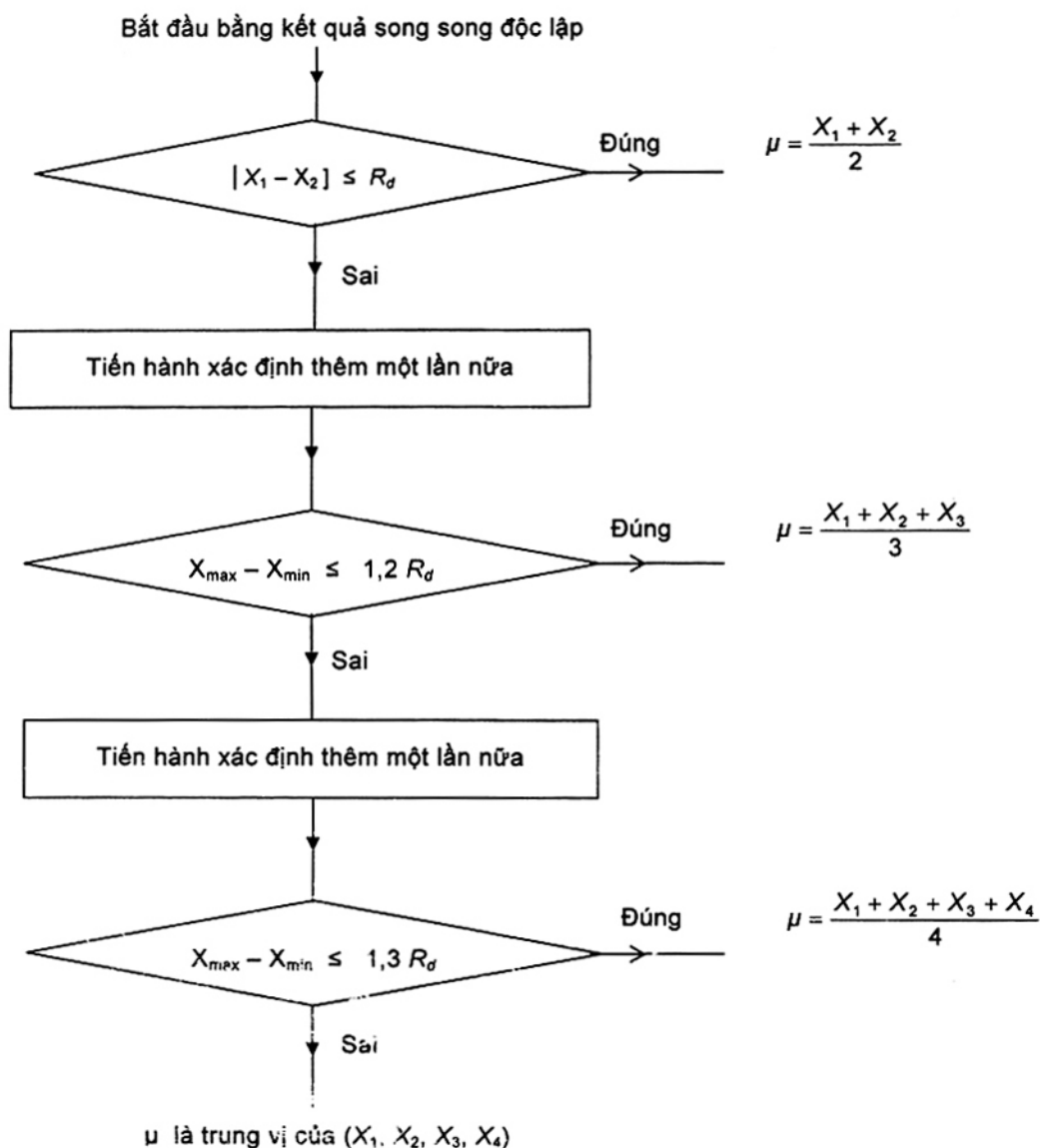
- a) tên và địa chỉ phòng thử nghiệm;

- 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 phân tích;
- f) số tham chiếu của phiếu kết quả;
- g) 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 mẫu chuẩn được chứng nhận.

Phụ lục A

(quy định)

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



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 9.2.1 được rút ra từ những kết quả thử của chương trình phân tích quốc tế tiến hành trong các năm 1976/1979 thực hiện trên năm mẫu quặng do 39 phòng thí nghiệm của chín 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.

Bảng B.1 – Hàm lượng kali trong các mẫu thử

Mẫu	Hàm lượng kali, % (khối lượng)
Quặng Dampier	0,002 5
Quặng Schefferville	0,026 4
Tinh quặng Haksberg	0,074 1
Quặng Malmberget	0,216
Quặng Grangesberg	0,511

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 509E, tháng 6/1979) được lưu tại Ban thư ký ISO/TC102/SC2

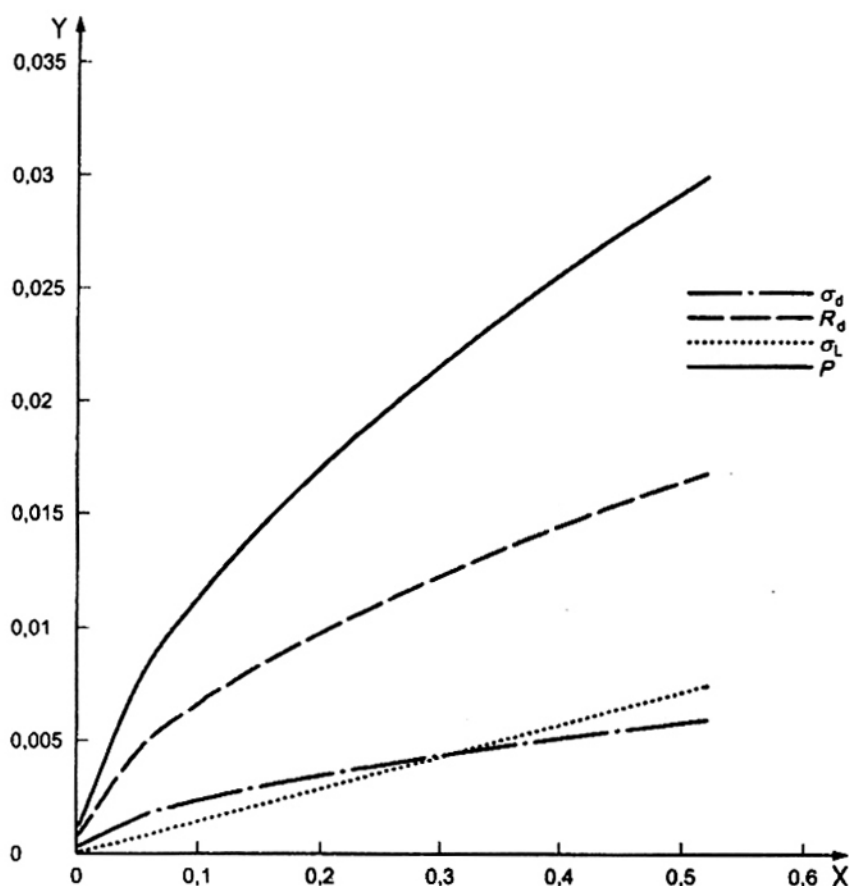
CHÚ THÍCH 2 Phân tích thống kê được trình bày phù hợp với các nguyên tắc của TCVN 6910-2 (ISO 5725-2) *Độ chính xác (độ đúng và độ chụm) của phương pháp đo và kết quả đo – Phần 2: Phương pháp cơ bản xác định độ lặp lại và độ tái lập của phương pháp đo tiêu chuẩn.*

Phụ lục C

(tham khảo)

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

CHÚ THÍCH Hình C.1 đồ thị biểu diễn các phương trình trong 9.2.1



Chú dẫn

X Hàm lượng kali, %

Y Độ chum, %

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