

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 2825 : 1999
ISO 6607 : 1985

Soát xét lần 1

**QUặng NHÔM – XÁC ĐỊNH TỔNG HÀM LƯỢNG SILIC –
KẾT HỢP PHƯƠNG PHÁP KHỐI LƯỢNG
VÀ PHƯƠNG PHÁP QUANG PHỔ**

*Aluminium ores – Determination of total silicon content –
Combined gravimetric and spectrophotometric method*

HÀ NỘI - 2008

Lời nói đầu

TCVN 2825 : 1999 thay thế TCVN 2825 : 1979;

TCVN 2825 : 1999 hoàn toàn tương đương với ISO 6607 : 1985

TCVN 2825 : 1999 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn TCVN/TC 129 “Quặng nhôm” biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học, Công nghệ và Môi trường (nay là Bộ Khoa học và Công nghệ) ban hành.

Tiêu chuẩn này được chuyển đổi năm 2008 từ Tiêu chuẩn Việt Nam cùng số hiệu thành Tiêu chuẩn Quốc gia theo quy định tại khoản 1 Điều 69 của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật và điểm a khoản 1 Điều 6 Nghị định số 127/2007/NĐ-CP ngày 1/8/2007 của Chính phủ quy định chi tiết thi hành một số điều của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật.

Quặng nhôm – Xác định tổng hàm lượng silic – Kết hợp phương pháp khói lượng và phương pháp quang phổ

Aluminium ores – Determination of total silicon content – Combined gravimetric and spectrophotometric method

1 Phạm vi và lĩnh vực áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp kết hợp khói lượng và quang phổ để xác định tổng hàm lượng silic trong quặng nhôm.

Phương pháp này có thể áp dụng cho quặng có hàm lượng silic oxit từ 1% đến 25% (m/m).

2 Tiêu chuẩn trích dẫn

ISO 5725 -1986 Độ chính xác của phương pháp thử – Xác định độ lặp lại và độ tái lập bằng thí nghiệm phân tích giữa các phòng thí nghiệm.

TCVN 2826:1999 (ISO 6995:1985) Quặng nhôm – Xác định hàm lượng titan – Phương pháp quang phổ 4,4' - diantipyrylmetan.

3 Nguyên tắc

Phân huỷ mẫu thử bằng các cách sau:

a) Xử lý bằng hỗn hợp axit clohidric, axit nitric và axit sunfuric.

CHÚ THÍCH – Phương pháp này chỉ dùng cho quặng chứa gibxit và bômit hoặc chỉ có bômit và khi hoà tan mẫu sau khi đuôi silic oxit, cặn thu được ít hơn 1% khối lượng của mẫu thử.

hoặc

b) Nung phân huỷ mẫu bằng natri peroxit sau đó nung chảy nhanh. Hoà tan khói đã nóng chảy bằng axit sunfuric.

CHÚ THÍCH – Phương pháp này dùng cho quặng chứa diaspor và khi phân huỷ mẫu bằng axit sau khi đuôi silic oxit thì cặn còn lớn hơn 1% khối lượng mẫu thử.

hoặc

c) Phương pháp nung chảy nêu ở 3c và 7.5.1.3 của ISO 6995.

TCVN 2825 : 1999

Khử nước của silic oxit, hoà tan muối, lọc và nung silic oxit có tạp chất, xử lý bằng axit flohydric và axit sunfuric. Nung chảy cẩn với hỗn hợp nung chảy natri cacbonat và natri tetraborat, hoà tan khối nóng chảy bằng axit sunfuric rồi nhập vào dung dịch chính.

Xử lý phần dung dịch chính bằng lượng dư natri hydroxyt và đun nóng để khử polyme silic oxit trong dung dịch. Axit hoá bằng axit sunfuric và điều chỉnh đến độ pH 1,4 tiếp theo sau khi cho thêm amoni molybdat. Phá huỷ axit photphomolipdic và axit arsenomolipdic bằng cách cho thêm axit sunfuric, khử axit β silicomolipdic đến phức màu xanh và đo độ hấp thụ ở khoảng 810 nm.

4 Hoá chất

Trong quá trình phân tích chỉ sử dụng các hoá chất có độ tinh khiết phân tích và chỉ dùng nước cất hoặc nước có độ sạch tương đương.

4.1 Natri peroxit

CHÚ THÍCH: Natri peroxit phải được bảo vệ khỏi bị hút ẩm và không được dùng khi nó bắt đầu vón cục.

4.2 Hỗn hợp nung chảy natri cacbonat và natri tetraborat

Trộn 3 phần khối lượng natri cacbonat khan với 1 phần khối lượng natri tetraborat khan.

4.3 Axit flohidric, 40 % (m/m) $\rho_{20} = 1,13 \text{ g/ml}$.

4.4 Axit sunfuric, $\rho_{20} = 1,84 \text{ g/ml}$, pha loãng 1 + 1.

4.5 Axit sunfuric, $\rho_{20} = 1,84 \text{ g/ml}$, pha loãng 1 + 3.

4.6 Axit sunfuric, $\rho_{20} = 1,84 \text{ g/ml}$, pha loãng 1 + 9.

4.7 Axit sunfuric, $\rho_{20} = 1,84 \text{ g/ml}$, pha loãng 1 + 39.

4.8 Hỗn hợp axit

Đong 225 ml nước vào cốc 1 lít, cẩn thận vừa khuấy vừa thêm 175 ml axit sunfuric ($\rho_{20} 1,84 \text{ g/ml}$) vào. Để nguội đến nhiệt độ phòng rồi thêm 150 ml axit clohidric ($\rho_{20} 1,17 \text{ g/ml}$) và 50 ml axit nitric ($\rho_{20} 1,42 \text{ g/ml}$). Khuấy đều.

Chuẩn bị dung dịch mới cho từng loạt phân tích và loại bỏ dung dịch không được sử dụng đến.

4.9 Axit ascobic, dung dịch 150 g/l.

Hoà tan 5 g axit ascobic trong 100 ml nước.

Chuẩn bị dung dịch này hàng ngày.

4.10 Amoni molibdat, dung dịch 100 g/l

Hoà tan 100 g amoni molibdat ngậm bốn nước $[(\text{NH}_4)_6 \text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ trong 1 lít nước.

Huỷ bỏ dung dịch khi bắt đầu xuất hiện kết tủa.

4.11 Natri hidroxit, dung dịch 160 g/l

Hoà tan 160 g natri hidroxit trong 1 lít nước trong cốc nhựa.

Lưu giữ dung dịch trong chai nhựa.

4.12 Silic oxit, dung dịch chuẩn tương ứng với 400 mg SiO_2 trong 1 lít.

Nung silic oxit sạch ở 1000°C trong 1 giờ rồi làm nguội trong bình hút ẩm. Cân 0,400 g silic oxit đã nung trong chén platin với độ chính xác đến 0,001 g. Cho 4,0 g natri cacbonat khan vào, dùng thìa bằng kim loại trộn đều và cẩn thận nung chảy ở 1000°C trong 10 phút.

Làm nguội và chuyển sang cốc nhựa dung tích 400 ml. Thêm 200 ml nước nóng vào, khuấy đều để hòa tan hoàn toàn khối đã nóng chảy.

Làm nguội rồi chuyển hoàn toàn dung dịch sang bình định mức 1000 ml. Pha loãng đến vạch và lắc đều.

Chuyển ngay dung dịch vào chai nhựa.

4.13 Silic oxit, dung dịch chuẩn tương ứng 4 mg SiO_2 trong 1 lít.

Dùng pipet lấy 10 ml dung dịch chuẩn (4.12) đưa vào bình định mức 1000 ml, pha loãng đến vạch và lắc đều.

Chuẩn bị dung dịch này ngay trước khi dùng.

4.14 Dung dịch hiệu chuẩn trắng

Chuẩn bị dung dịch hiệu chuẩn trắng theo các bước được nêu ở 4.12 và 4.13 nhưng không có silic oxit.

4.15 Phenolphthalein, dung dịch chỉ thị.

Hoà tan 0,05 g phenolphthalein trong 50 ml ethanol và pha loãng đến 100 ml.

5 Thiết bị, dụng cụ

Các dụng cụ phòng thí nghiệm thông thường và đồ thuỷ tinh không bị xay xước, và

5.1 Chén platin, dung tích khoảng 30 ml, có nắp đậy.**5.2 Pipet có vạch mức**, 5, 10, 15, 20 và 25 ml, cấp chính xác A.**5.3 Cốc nhựa**, dung tích khoảng 150 ml.

TCVN 2825 : 1999

5.4 Lò múp thí nghiệm, có khả năng điều chỉnh nhiệt độ từ 480 °C đến 1 100 °C và có thể thổi dòng khí qua khoang đã nung nóng.

5.5 Chén zirconi, dung tích khoảng 40 ml.

5.6 pH mét.

5.7 Quang phổ kế, để đo hấp thụ ở khoảng 810 nm.

5.8 Bình hút ẩm, chứa photpho (V) oxit làm chất hút ẩm.

6 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu

Mẫu phòng thí nghiệm được lấy và nghiên đến cỡ hạt lọt qua rây 150 µm phù hợp với các phương pháp được qui định trong các tiêu chuẩn liên quan *).

7 Tiến hành thử

7.1 Số lần thử

Tiến hành phân tích mẫu đúp một cách độc lập đối với từng mẫu thử.

CHÚ THÍCH – Ở đây thuật ngữ “độc lập” có nghĩa là thay đổi người phân tích. Nếu như cùng một người phân tích thì phải tiến hành phân tích vào thời điểm khác nhau.

7.2 Mẫu thử

Cân khoảng 1 g mẫu thử với độ chính xác 0,001 g và ghi lại khối lượng (m_1).

7.3 Phân tích mẫu trắng

Song song với quá trình phân huỷ mẫu thử, tiến hành chuẩn bị dung dịch trắng theo phương pháp phân huỷ mẫu nhưng không có mẫu thử. Khi tiến hành phân tích một số mẫu cùng một lúc thì giá trị của mẫu trắng có thể do một lần phân tích mẫu trắng làm đại diện với điều kiện trình tự tiến hành như mẫu thử.

7.4 Phân tích kiểm tra

Mỗi lần tiến hành phân tích kiểm tra, việc phân tích mẫu chuẩn qui định của cùng loại quặng sẽ được tiến hành song song và cùng điều kiện với việc phân tích mẫu quặng.

*) Các tiêu chuẩn liên quan là ISO 6137 Quặng nhôm – Phương pháp lấy mẫu và TCVN 2823 : 1999 (ISO 6140) Quặng nhôm – Chuẩn bị mẫu.

CHÚ THÍCH: Mẫu chuẩn qui định phải là mẫu cùng loại với mẫu thử. Tuy nhiên, mẫu đó không được xem là cùng loại nếu như tính chất của mẫu thử khác với tính chất của mẫu chuẩn qui định đến mức mà trình tự tiến hành phân tích phải thay đổi đáng kể.

7.5 Xác định silic bằng phương pháp khối lượng

7.5.1 Phân huỷ mẫu

Nếu phân huỷ mẫu dựa vào việc hoà tan bằng axit thì tiến hành như qui định ở 7.5.1.1. Nếu phân huỷ mẫu dựa vào nung với kiềm thì tiến hành như qui định ở 7.5.1.2.

7.5.1.1 Phân huỷ mẫu bằng axit

Cho mẫu thử (7.2) vào cốc đốt 400 ml. Dùng nước làm ướt mẫu và cho 60 ml hỗn hợp axit vừa được chuẩn bị (4.8) vào. Đậy cốc lại rồi đun ở 80°C để phân huỷ mẫu.

CHÚ THÍCH: Với mẫu có hàm lượng sắt cao [$> 15\% \text{ (m/m)} \text{ Fe}_2\text{O}_3$] thì phải đun lâu hơn.

Khi khói nâu đã hết bay ra, cẩn thận rửa nắp và thành cốc. Không đậy cốc, đun bay hơi dung dịch đến lúc khói axit sunfuric dày đặc. Đậy nắp cốc lại và đun mạnh trong 60 phút trên bếp để tạo nhiệt độ dung dịch (210 ± 10) °C.

CHÚ THÍCH: Xác định nhiệt độ bằng cách sử dụng riêng một cốc thí nghiệm có nhiệt kế nhúng ở độ sâu 10 mm trong axit sunfuric.

7.5.1.2 Phân huỷ mẫu bằng nung với kiềm

Cho mẫu thử (7.2) vào chén zirconi khô (5.5), cho 10 g natri peroxit (4.1). Dùng thìa kim loại khô trộn đều. Đặt chén có chứa mẫu vào trong lò múp (5.4), duy trì nhiệt độ từ 480 °C đến 500 °C trong 45 phút. Lấy chén có mẫu ra khỏi lò và dùng ngọn lửa đèn khò để nung chảy hỗn hợp (khoảng 30 giây). Tiếp tục vừa nung hỗn hợp nóng chảy vừa khuấy đảo trong thời gian tổng cộng 2 phút.

Để chén nguội đến nhiệt độ phòng (có thể sử dụng tấm kim loại dày để làm nguội nhanh) tia rửa đáy chén rồi đặt chén vào cốc đốt 400 ml. Đậy nắp lại và cẩn thận cho vào phía ngoài chén 140 ml dung dịch axit sunfuric (4.6). Cho thêm 20 ml dung dịch axit sunfuric (4.4), để tách mẫu trong chén. Khi hỗn hợp nung chảy tách ra hết, lấy chén lên và rửa chén vào dung dịch trong cốc.

Cẩn thận tia rửa nắp và thành cốc. Mở nắp, đun cho bay hơi dung dịch đến khi có khói axit sunfuric dày đặc. Đậy nắp lại rồi đun mạnh trong 60 phút trên bếp để tạo nhiệt độ dung dịch (210 ± 10) °C.

7.5.2 Hoà tan và lọc

Làm nguội dung dịch nhận được ở 7.5.1.1 hoặc 7.5.1.2 đến nhiệt độ phòng, cẩn thận cho thêm 130 ml nước và đun ở 80 °C đến 90°C trong vòng ít nhất là 40 phút, khuấy liên tục để muối hoà tan

TCVN 2825 : 1999

hoàn toàn. Lọc dung dịch đang còn nóng qua giấy lọc trung bình, hứng dung dịch đã lọc được vào bình định mức 250 ml. Dùng nước để rửa cốc, dùng đũa thuỷ tinh có đầu bọc cao su làm sạch cốc và chuyển toàn bộ cặn lên giấy lọc. Rửa giấy lọc và cặn năm lần bằng nước nóng, mỗi lần từ 5 ml đến 10 ml. Cất giữ dung dịch lọc và nước rửa để sử dụng theo 7.5.4. Giữ lại giấy lọc và cặn để tiếp tục công việc như ở 7.5.3.

CHÚ THÍCH: Đối với hàm lượng silic oxit cao, có thể cần phải tăng lượng nước rửa.

7.5.3 Xử lý silic oxit có tạp chất

Chuyển giấy lọc và silic oxit có tạp chất vào chén platin đã được cân và nung trước (5.1). Sấy khô và đốt từ từ rồi tro hoá hoàn toàn giấy lọc bằng cách nâng nhiệt độ lên 600 °C đến 700 °C.

Đậy chén lại, nung trong lò múp (5.4), duy trì ở (1075 ± 25) °C trong 30 phút rồi làm nguội trong không khí trong vòng 1 phút đến 2 phút.

Đặt chén vào bình hút ẩm (5.8). Để nguội đến nhiệt độ phòng rồi cân.

CHÚ THÍCH : Thời gian để làm nguội cần khoảng 10 phút.

Lặp lại việc nung, làm nguội và cân cho đến khi khối lượng không đổi với sai số trong vòng 0,0005 g. Ghi khối lượng của chén và cặn trong đó (m_2).

Cho nước từng giọt làm cho cặn trong chén hoàn toàn bị ướt. Cho thêm 8 giọt dung dịch axit sunfuric (4.4) tiếp theo cho 5 ml axit flohidric (4.3). Cẩn thận đun nóng và làm bay hơi đến khi hết khói trắng dày đặc.

Hơ nhẹ trên ngọn lửa nhỏ, sau đó đậy chén lại và nung trong lò múp (5.4), duy trì ở (1075 ± 25) °C trong (15 ± 2) phút. Để nguội trong không khí trong vòng từ 1 đến 2 phút.

Đặt chén vào bình hút ẩm. Để nguội đến nhiệt độ phòng rồi cân.

Lặp lại việc xử lý axit, bốc khói, nung cho đến khối lượng không đổi với sai số 0,0005 g. Ghi lại khối lượng chén và cặn (m_3).

CHÚ THÍCH: Nếu phân huỷ mẫu bằng axit, khối lượng của chén và cặn không đổi có giá trị lớn hơn khối lượng của chén platin 0,01 g thì nên dùng phương pháp phân huỷ mẫu bằng nung chảy với kiềm.

7.5.4 Xử lý cặn

Đối với cặn còn lại như ở 7.5.3 xử lý bằng cách cho $0,7 g \pm 0,1 g$ hỗn hợp nung chảy (4.2). Nung ở nhiệt độ trên 1 000 °C trong khoảng từ 4 phút đến 5 phút ở trong lò múp (5.4). Lấy chén ra đảo nhanh khối nóng chảy rồi đưa vào lò nung tiếp từ 1 đến 2 phút.

Để chén nguội, thêm 10 ml dung dịch axit sunfuric (4.6) rồi đun nóng để hoà tan khối nóng chảy. Chuyển nhập vào dung dịch được cất giữ (7.5.2) trong bình định mức 250 ml, rửa chén bằng nước,

để nước rửa vào cùng dung dịch trong bình. Làm nguội đến nhiệt độ phòng, pha loãng bằng nước đến vạch và lắc đều. Đây là dung dịch thử.

7.6 Xác định silic oxit của cặn bằng quang phổ kế

Nếu không có qui định khác thì những bước sau đây phải được tiến hành với cả hai dung dịch kiểm tra và dung dịch trắng.

Dùng pipet (5.2) lấy 10 ml của từng dung dịch cho vào cốc nhựa (5.3). Thêm 1 giọt dung dịch phenol - phtalein (4.15), trung hoà bằng dung dịch natri hidroxit (4.11) và cho dư 2 ml. Pha loãng đến 25 ml.

Đun nóng trên bếp cách thuỷ ở nhiệt độ 70 °C trong 15 phút rồi làm nguội.

Trung hoà bằng dung dịch axít sunfuric (4.6). Cho 7 ml dung dịch axít sunfuric (4.7) vào rồi pha loãng đến 50 ml. Kiểm tra độ pH $1,4 \pm 0,1$. Nếu cần, điều chỉnh bằng dung dịch axít sunfuric hoặc bằng dung dịch natri hidroxit.

Từ bước này đến khi xuất hiện màu, duy trì nhiệt độ của dung dịch trong khoảng từ 15°C đến 25 °C.

Cho 2,0 ml dung dịch amoni molibdat (4.10) vào từng dung dịch, khuấy đều và để yên trong 10 phút.

Cho 20 ml dung dịch axít sunfuric (4.5) vào từng dung dịch, khuấy đều và để yên trong 10 phút.

Cho 5 ml dung dịch axít ascobic (4.9) vào từng dung dịch, rồi chuyển sang từng bình định mức 100 ml. Rửa các cốc vài lần bằng một ít nước, cho nước rửa đó vào bình định mức. Pha loãng ngay đến vạch và lắc đều. Để cho màu xuất hiện trong 1 giờ.

Đo độ hấp thụ của dung dịch ở bước sóng 810nm, sử dụng nước làm dung dịch so sánh và ghi lại kết quả:

T độ hấp thụ của dung dịch thử;

B độ hấp thụ của dung dịch trắng.

Tính và ghi độ hấp thụ tương ứng với hàm lượng silic oxit trong dung dịch như sau

$$A = T - B$$

7.7 Hiệu chuẩn

Dùng pipet lấy các phần 0 , 5 , 10 , 15 , 20 và 25 ml dung dịch chuẩn silic oxit (4.13) như nêu ở bảng 1 cho vào sáu cốc nhựa dung tích 150 ml (5.13). Cho vào sáu cốc đó các phần tương ứng 25 , 20 , 15 , 10 , 5 và 0 ml dung dịch hiệu chuẩn trắng (4.14) tương ứng theo Bảng 1.

Bảng 1 - Dung dịch hiệu chuẩn trắng

| Thể tích dung dịch chuẩn silic oxit (4.13), ml | Thể tích dung dịch hiệu chuẩn trắng (4.14), ml | Khối lượng silic oxit trong 100 ml, µg |
|--|--|--|
| 0 | 25 | 0 |
| 5 | 20 | 20 |
| 10 | 15 | 40 |
| 15 | 10 | 60 |
| 20 | 5 | 80 |
| 25 | 0 | 100 |

Xử lý từng dung dịch chuẩn theo qui trình qui định ở điều 7.6 cho từng phần dung dịch thử.

Đo độ hấp thụ của các dung dịch, sử dụng nước làm dung dịch so sánh và ghi kết quả như sau:

$$A_0, A_5, A_{10}, A_{15}, A_{20}, A_{25}.$$

Vẽ đồ thị chuẩn bằng cách dựng hai trục tung và trục hoành thể hiện độ hấp thụ tương ứng với khối lượng của silic oxit như sau :

| Độ hấp thụ | Silic oxit, µg |
|----------------|----------------|
| $A_0 - A_0$ | 0 |
| $A_5 - A_0$ | 20 |
| $A_{10} - A_0$ | 40 |
| $A_{15} - A_0$ | 60 |
| $A_{20} - A_0$ | 80 |
| $A_{25} - A_0$ | 100 |

8 Biểu thị kết quả

8.1 Tính tổng hàm lượng silic oxit

Hàm lượng silic oxit tính bằng phần trăm khối lượng của mẫu thử, theo công thức:

$$\text{Tổng \% silic oxit (m/m)} = \% \text{ (m/m) silic oxit xác định} + \% \text{ (m/m) silic oxit cặn} \\ \text{bằng phương pháp khối lượng}$$

$$\frac{(m_2 - m_3) - (m_{2b} - m_{3b})}{m_1} \times 100 + \frac{m_{\text{SiO}_2} \times 0,0025}{m_1}$$

trong đó

m_1 là khối lượng của mẫu thử, tính bằng gam;

- m_2 là khối lượng của chén và cặn sau khi nung (7.5.3) tính bằng gam;
 m_3 là khối lượng của chén và cặn sau khi đã xử lý bằng axit flohidric (7.5.3), tính bằng gam;
 m_{2b} là khối lượng của chén và cặn sau khi nung để xác định mẫu trắng, tính bằng gam;
 m_{3b} là khối lượng của chén và cặn sau khi đã xử lý bằng axit flohidric để xác định mẫu trắng, tính bằng gam;
 m_{SiO_2} là khối lượng của silic oxit nhận được từ đồ thị chuẩn, tính bằng microgam.

8.2 Xử lý chung các kết quả

8.2.1 Độ chính xác

Độ chính xác của phương pháp này đã xác định trong chương trình phân tích quốc tế, được biểu thị bằng độ lặp lại, độ tái lập và chỉ số độ tái lập trong Bảng 2.

Bảng 2 - Các số liệu về độ chính xác khi xác định silic

| Mẫu | Hàm lượng trung bình SiO_2 | Các thành phần của độ lệch chuẩn | | Chỉ số độ tái lập 2s |
|---------|-------------------------------------|----------------------------------|-------|-------------------------|
| | % (m/m) | r | R | |
| MT/12/2 | 4,53 | 0,035 | 0,072 | 0,16 |
| MT/12/1 | 2,67 | 0,034 | 0,025 | 0,085 |
| MT/12/4 | 5,04 | 0,045 | 0,070 | 0,17 |
| MT/12/6 | 21,59 | 0,059 | 0,19 | 0,39 |

trong đó

r là độ lặp lại;

R là độ tái lập.

8.2.2 Sự chấp nhận giá trị kết quả phân tích (xem ISO 5725)

Giá trị kết quả phân tích mẫu thử sẽ được chấp nhận khi kết quả phân tích mẫu chuẩn qui định tương ứng khớp với các kết quả nằm trong giới hạn chỉ số độ tái lập ghi ở Bảng 2 và khi chênh lệch giữa hai giá trị mẫu thử không vượt quá 2,77 r như số liệu tính được từ giá trị thích hợp của r ghi trong Bảng 2.

Khi giá trị kết quả phân tích mẫu chuẩn qui định vượt ra ngoài chỉ số độ tái lập thì sẽ thực hiện phân tích đồng thời mẫu thử, mẫu chuẩn qui định và một mẫu trắng. Giá trị kết quả phân tích mẫu chuẩn qui định sẽ được kiểm tra để chấp nhận giá trị mẫu thử như nêu ở trên. Nếu nhận được giá trị mẫu chuẩn qui định một lần nữa vượt ra ngoài giới hạn thì trình tự tiến hành phân tích được làm lại đối với mẫu chuẩn khác của cùng loại quặng cho đến khi cả hai giá trị có thể chấp nhận được.

Khi khoảng (chênh lệch tuyệt đối) của hai giá trị mẫu thử lớn hơn 2,77 r thì phải tiến hành phân tích bổ sung một mẫu thử và một mẫu trắng đồng thời phân tích một mẫu chuẩn qui định của cùng

loại quặng. Việc chấp nhận những giá trị bổ sung như vậy đối với mẫu thử, trong từng trường hợp là phụ thuộc vào khả năng chấp nhận kết quả phân tích mẫu chuẩn qui định.

8.2.3 Tính kết quả cuối cùng

Kết quả cuối cùng là trung bình số học của các giá trị phân tích có thể chấp nhận được được tính tới bốn chữ số sau dấu phẩy và được làm tròn đến hai số sau dấu phẩy, cụ thể như sau:

- a) Khi chữ số thứ ba sau dấu phẩy nhỏ hơn 5 thì nó bị loại bỏ và chữ số thứ hai sau dấu phẩy được giữ nguyên không đổi;
- b) Khi chữ số thứ ba sau dấu phẩy là con số 5 và số thứ tư sau dấu phẩy khác số 0, hoặc số thứ ba sau dấu phẩy lớn hơn 5 thì số thứ hai sau dấu phẩy được tăng lên một;
- c) Khi chữ số thứ ba sau dấu phẩy là 5 và số thứ tư sau dấu phẩy là 0, thì số 5 sẽ được bỏ đi và số thứ hai sau dấu phẩy được giữ nguyên không đổi nếu như nó là 0, 2, 4, 6 hoặc 8 và được tăng thêm một nếu nó là 1, 3, 5, 7 hoặc 9.

9 Báo cáo kết quả

Báo cáo kết quả gồm các thông tin sau:

- a) Các chi tiết cần thiết để nhận biết về mẫu;
 - b) Số hiệu tiêu chuẩn;
 - c) Kết quả phân tích;
 - d) Số lượng tham khảo kết quả;
 - e) Các đặc trưng ghi nhận trong quá trình thử, mọi thao tác không qui định trong tiêu chuẩn này nhưng có ảnh hưởng đến kết quả.
-