

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

**TCVN 12011-4:2017
ISO 6101-4:2014**

**CAO SU - XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG KIM LOẠI BẰNG
PHƯƠNG PHÁP QUANG PHỔ HẤP THỤ NGUYÊN TỬ -
PHẦN 4: XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG MANGAN**

*Rubber - Determination of metal content by atomic absorption spectrometry -
Part 4: Determination of manganese content*

HÀ NỘI - 2017

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 Báo cáo thử nghiệm	13
Phụ lục A (quy định) Phương pháp thêm chuẩn	14
Phụ lục B (tham khảo) Độ chụm	16
Thư mục tài liệu tham khảo	18

Lời nói đầu

TCVN 12011-4:2017 hoàn toàn tương đương ISO 6101-4:2014.

TCVN 12011-4:2017 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 tiêu chuẩn 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 4: Xác định hàm lượng mangan

*Rubber – Determination of metal content by atomic absorption spectrometry –
Part 4: Determination of mangan 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 các hàm lượng mangan có trong cao su.

Phương pháp này có thể áp dụng đối với cao su thô và sản phẩm cao su có hàm lượng mangan trên 0,5 ppm. Hàm lượng mangan 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 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 7150 (ISO 835) *Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh – Pipet chia độ*

TCVN 12011-4:2017

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 279,5 nm, sử dụng một đèn catot rỗng cực mangan làm nguồn phát xạ mangan. Tất cả các silicat được axit sulfuric và axit flohydric làm bay hơi.

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 được 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 **Axit nitric đậm đặc**, $\rho_{20} = 1,41\text{ Mg/m}^3$, 65 % (theo khối lượng).

4.7 Axit nitric loãng, 1,6 % (theo khối lượng), chuẩn bị bằng cách dùng pipet thận trọng nhỏ $11,5 \text{ cm}^3$ axit nitric đậm đặc (4.6) vào bình định mức một vạch dung tích $1\ 000 \text{ cm}^3$ đã có sẵn một ít nước, đổ đầy nước đến vạch và khuấy kỹ.

4.8 Dung dịch gốc mangan tiêu chuẩn, chứa 1 g Mn trên $1\ 000 \text{ cm}^3$.

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

Sử dụng mangan điện ly có độ tinh khiết 99,9 %, làm sạch các oxit mangan khỏi bề mặt ngoài bằng cách đặt một vài gam kim loại trong một cốc thủy tinh chứa 60 cm^3 đến 80 cm^3 axit sulfuric 1 + 3 (4.4) với khoảng 100 cm^3 nước. Khuấy và sau một vài phút gạn lấy phần dung dịch axit và đổ nước vào cốc thủy tinh. Lặp lại việc gạn và rửa với nước nhiều lần. Sau đó, để mangan kim loại vào axeton và khuấy đều. Gạn axeton, sấy khô kim loại trong tủ sấy không khí nóng (xem 5.14), duy trì ở $100 \text{ }^\circ\text{C} \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$ trong thời gian khoảng 2 min và để nguội trong bình hút ẩm.

Cân 1 g mangan kim loại đã làm sạch này, chính xác đến 0,1 mg, vào cốc thành cao dung tích 600 cm^3 và hòa tan với 40 cm^3 dung dịch axit sulfuric 1 + 3 (4.4) và khoảng 80 cm^3 nước. Đun sôi dung dịch trong vài phút. Để nguội và chuyển định lượng sang bình định mức một vạch dung tích $1\ 000 \text{ cm}^3$ (xem 5.5). Pha loãng đến vạch và khuấy kỹ.

1 cm^3 dung dịch gốc tiêu chuẩn này chứa $1\ 000 \text{ }\mu\text{g}$ Mn.

4.9 Dung dịch mangan tiêu chuẩn, chứa 10 mg Mn trên $1\ 000 \text{ cm}^3$.

Dùng pipet cẩn thận lấy 10 cm^3 dung dịch chuẩn mangan dự trữ (4.8) vào bình định mức một vạch dung tích $1\ 000 \text{ cm}^3$ (xem 5.5), pha loãng đến vạch mức bằng axit clohydric 1 + 2 (4.2) hoặc axit nitric loãng (4.7) và khuấy kỹ.

Chuẩn bị dung dịch này trong ngày sử dụng.

1 cm^3 dung dịch tiêu chuẩn này chứa $10 \text{ }\mu\text{g}$ Mn.

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 mangan làm nguồn phát xạ mangan.

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.

TCVN 12011-4:2017

- 5.3 Lò muffle, có khả năng duy trì ở nhiệt độ $550\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$.
- 5.4 Phễu lọc bằng thủy tinh, có lỗ lọc $16\text{ }\mu\text{m}$ đến $40\text{ }\mu\text{m}$ (độ xốp P40 theo ISO 4793).
- 5.5 Bình định mức một vạch, có nút thủy tinh, dung tích 50 cm^3 , 100 cm^3 , 200 cm^3 , 500 cm^3 đến 1000 cm^3 , phù hợp với các yêu cầu của TCVN 7153 (ISO 1042), loại A.
- 5.6 Pipet định mức, dung tích 5 cm^3 , 10 cm^3 , 20 cm^3 và 50 cm^3 , phù hợp với các yêu cầu của TCVN 7151 (ISO 648), loại A.
- 5.7 Pipet có vạch chia, dung tích 1 cm^3 , phù hợp với các yêu cầu của TCVN 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.
- 5.11 Chén nung (bạch kim), dung tích 50 cm^3 đến 150 cm^3 tùy thuộc vào kích cỡ của phần mẫu thử.
- 5.12 Chén nung (thạch anh, sứ hoặc thủy tinh bo-silicat), dung tích từ 50 cm^3 đến 150 cm^3 tùy thuộc vào kích cỡ của phần mẫu thử, phù hợp với các yêu cầu của ISO 1772.
- 5.13 Giấy lọc không tro.
- 5.14 Tủ sấy không khí nóng, có khả năng duy trì ở nhiệt độ $100\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$.

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 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 mangan gần đúng có trong mẫu thử.

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 đũa khuấy platin hoặc đũa thủy tinh bo-silicat (5.10) và tiếp tục gia nhiệt.

CHÚ THÍCH: Khi khuấy bằng đũa, tro có thể bám vào đũa, 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 đũa 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 phốt 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 (4.7) 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 (4.7).

7.3 Chuẩn bị đường chuẩn

7.3.1 Chuẩn bị dung dịch hiệu chuẩn

7.3.1.1 Dùng pipet (5.6) lấy các lượng dung dịch mangan tiêu chuẩn (4.10) được nêu trong Bảng 1 vào một dãy gồm năm bình định mức một vạch (5.5) dung tích 100 cm³. Pha loãng đến vạch bằng axit clohydric 1 + 2 (4.2) hoặc bằng axit nitric loãng (4.7) và khuấy kỹ.

Bảng 1 – Dung dịch hiệu chuẩn tiêu chuẩn

Thể tích của dung dịch mangan tiêu chuẩn cm ³	Khối lượng mangan chứa trong 1 cm ³ µg
25	2,5
10	1
5	0,5
2	0,2
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 mangan được đặt vào một cách phù hợp, điều chỉnh bước sóng đến 279,5 nm, độ nhạy và độ mờ 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 trong cao su cần thử nghiệm.

Hút nước qua buồng đốt sau mỗi lần đo.

7.3.3 Dụng đường chuẩn

Dụng đồ thị, ví dụ, lấy các lượng mangan, tính bằng microgam, chứa trong 1 cm³ các dung dịch hiệu chuẩn làm trục hoành và các giá trị độ hấp thụ tương ứng, đã được điều chỉnh với độ hấp thụ của mẫu trắng hiệu chuẩn làm trục tung. 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 tối thiểu.

7.4 Xác định

7.4.1 Các phép đo phổ

Thực hiện hai lần phép đo phổ ở bước sóng 279,5 nm trên dung dịch thử nghiệm chuẩn bị theo 7.2.2, 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 mangan cao nhất thì pha loãng sao cho thích hợp bằng axit clohydric 1 + 2 (4.2) hoặc bằng axit nitric loãng (4.7) theo quy trình sau đây.

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 (5.5) sao cho nồng độ mangan 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 (4.7). 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 dung dịch axit clohydric 1 + 2 (4.2) hoặc axit nitric loãng (4.7), 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 mangan của dung dịch thử nghiệm trực tiếp từ đường hiệu chuẩn được vẽ theo 7.3.3. Hàm lượng mangan của phần mẫu thử, biểu thị dưới dạng phần trăm khối lượng, được tính theo công thức (1):

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

trong đó:

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

$\rho(Mn)_b$ là hàm lượng mangan 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 mangan 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):

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

trong đó:

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

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

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

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

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 mangan gần nhất với độ hấp thụ của dung dịch thử nghiệm;

$\rho(Mn)_n$ là hàm lượng mangan 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 mangan 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 mangan dưới dạng phần trăm nếu lớn hơn hoặc bằng 0,1 % hoặc miligam trên kilôgam nếu nhỏ hơn 0,1 %.

9 Báo cáo thử nghiệm

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

- a) viện dẫn tiêu chuẩn này [TCVN 12011-4 (ISO 6101-4)];
- b) tất cả các thông tin chi tiết cần thiết để nhận dạng đầy đủ sản phẩm được thử nghiệm;
- c) phương pháp lấy mẫu được sử dụng;
- d) loại thiết bị được sử dụng (thiết bị đo phổ lò lửa hay graphit);
- e) các kết quả nhận được và các đơn vị tính của các kết quả;
- f) đặc điểm bất thường bất kỳ ghi nhận được trong khi xác định;
- g) 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 sách 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.

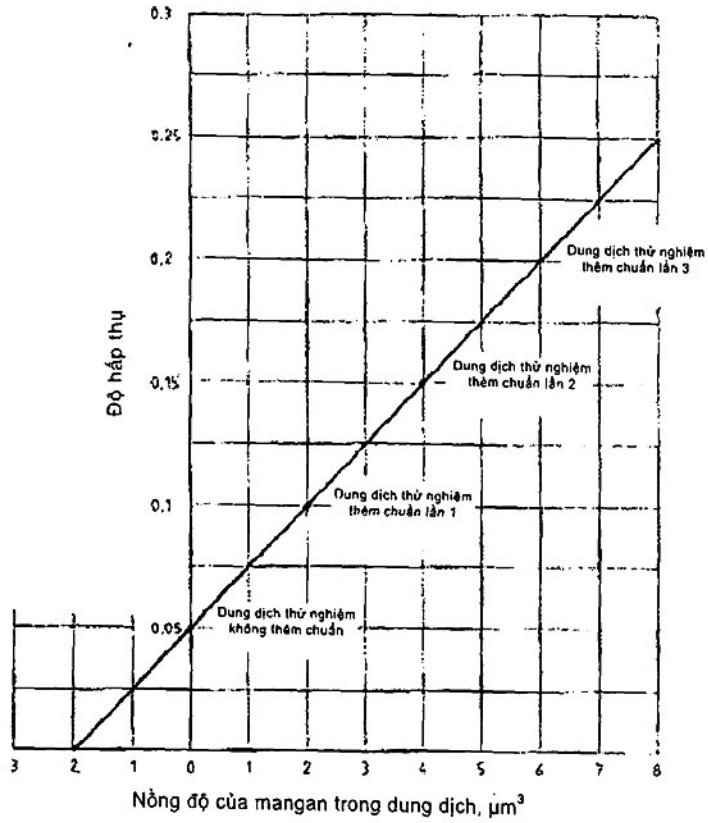
Lấy từ dung dịch thử nghiệm được chuẩn bị như mô tả tại 7.2 bốn phần nhỏ dung dịch có dung tích như nhau. Bổ sung những lượng dung dịch mangan tiêu chuẩn khác nhau định trước vào ba dung dịch nói trên. Đổ đến cùng mức tổng thể tích cho tất cả bốn dung dịch. Sử dụng các nồng độ nằm trên phần tuyến tính của đường hiệu 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 mangan trên centimet khối dung dịch, trên trục x.

Ngoại suy đường thẳng để cắt trục x (độ hấp thụ bằng 0). Đọc nồng độ mangan 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 năm 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 được 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 cùng 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 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). 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 mangan
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
0,13	0,01	0,02	0,14	0,39
<p>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)</p>				

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).
-