

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 2822 : 1987

**QUặng ĐẤT HIẾM –
PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG
TỔNG ĐẤT HIẾM OXIT, URAN OXIT VÀ THÔRI OXIT**

*Ores of rare earth – Method for determination of total oxide of rare earth elements,
Uranium oxide and thorium oxide contents*

HÀ NỘI - 2008

Lời nói đầu

TCVN 2822 : 1987 thay thế TCVN 2822 : 1979.

TCVN 2822 : 1987 do Trường Đại học Mỏ Địa chất Hà Nội và Trường Đại học Tổng hợp Hà nội biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng trình duyệt, Uỷ ban Khoa học và Kỹ thuật Nhà nước (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 đất hiếm –

Phương pháp xác định hàm lượng tổng đất hiếm oxit, uran oxit và thôri oxit

Ores of rare earth – Method for determination of total oxide of rare earth elements, Uranium oxide and thorium oxide contents

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp phân tích xác định hàm lượng tổng đất hiếm oxit lớn hơn 0,5 %, Urani oxit lớn hơn 0,005 % và thôri oxit lớn hơn 0,005 %.

1 Qui định chung

- 1.1 Mẫu đem phân tích hóa học phải có cỡ hạt không lớn hơn 0,08 mm và được sấy khô trước đến khối lượng không đổi ở nhiệt độ 105 °C đến 110°C.
- 1.2 Các phép xác định phải được tiến hành trên ba mẫu thử và kết quả phân tích cuối cùng là trung bình cộng của các lần xác định.
- 1.3 Dùng cân phân tích với độ chính xác 0,0002 gam.
- 1.4 Hóa chất dùng khi phân tích phải đạt loại tinh khiết phân tích (TKPT). Nước dùng cho phân tích là nước cất theo TCVN 2117 : 1977.
- 1.5 Khối lượng riêng của hóa chất được đặt trong ngoặc đơn ngay sau tên hóa chất.
- 1.6 Nồng độ của dung dịch pha loãng tương đối được đặt trong ngoặc đơn, ví dụ (2 + 1), số thứ nhất là phần thể tích hóa chất gốc, số thứ hai là phần thể tích chất dùng pha loãng.
- 1.7 Độ chính xác của phép phân tích được đánh giá theo độ lệch cho phép lớn nhất của ba phép song song tiến hành bởi một thí nghiệm viên, trong cùng một phòng thí nghiệm, trên cùng một mẫu với những dụng cụ, hóa chất như nhau và giữ đúng các điều kiện ghi trong qui định.

2 Bản chất phương pháp

Mẫu sau khi phân hủy thành dung dịch được dội qua cột sắc ký chiết có tẩm tri-n-butyl photphat để tách urani, thôri và Zirconi (nếu có) khỏi tổng đất hiếm và những nguyên tố khác. Tổng đất hiếm oxit được xác định bằng phương pháp khối lượng trên cơ sở kết tủa bằng axit oxalic. Urani và thôri được xác định bằng phương pháp đo màu với asenazo III, sau khi đã tách riêng từng nguyên tố bằng phương pháp sắc ký trao đổi ion trên nhựa anionit.

3 Hóa chất và thiết bị

Axit nitric (1,40), các dung dịch (1+1) và 5 %.

Axit clohydric theo TCVN 1556 : 1974 (1,19), các dung dịch (1+1), (2+1) và 0,1 M.

Hỗn hợp axit clohydric 3 M và axit oxalic 1,6 %.

Axit sunfuric (1,84).

Axit fluohidric (1,3)

Axit oxalic, dung dịch bão hòa và 2 %.

Hydropeoxit, dung dịch 30 %.

Amoni nitrat, dung dịch 4M và 5 % có pH 9, điều chỉnh bằng amoni hidroxit.

Natri cacbonat dung dịch 0,5 %.

Dung dịch dinatri étylendiamintetraaxetat 0,1 %.

Dung dịch chỉ thị axit sunfosalsilic 1 %.

Dung dịch đậm natri monocloaxetat – axit mònôclo – axetic pH 2,8 đến 3,0.

Asenazô III dung dịch 0,1 % (giữ trong lọ kín mẫu tối).

Benzen hoặc tetrachlorua cacbon.

Bột Silicagel đã silan hóa có đường kính hạt 0,1 mm đến 0,2 mm (80 đến 160 mesh).

Tri – n – butylphotphat.

Amoni hidroxit, dung dịch không chứa cacbonat được chuẩn bị theo một trong hai phương pháp sau:

Phương pháp 1: Đun sôi nước cất trong bình cầu đầy nút có gắn ống lọ chứa canxi oxit khoảng 15 phút. Để nguội, chuyển nước đã đun sang cốc dung tích 250 cm³ và đặc vào bình chống ẩm có chứa sẵn từ 1 đến 1,5 lít amoni hidroxit đặc với khoảng 30 gam natri hidroxit kỹ thuật. Đậy nắp bình chống ẩm lại. Sau năm ngày ta sẽ được cốc chứa dung dịch amoni hidroxit không chứa cacbonat.

Phương pháp 2: Chưng dung dịch amoni hidroxit rồi hấp thụ hơi amoniac vào bình nước cất đã khử sạch cacbonat.

Dung dịch chuẩn urani 0,001 gam U_3O_8/cm^3 : Cân 1,782 gam urani nitrat ngâm 6 phân tử nước rồi cho vào bình định mức dung tích 1000 cm³, thêm một ít nước cất, lắc cho tan hết, sau đó thêm nước cất vào cho đến vạch mức. Sau khi pha xong, nên xác định lại nồng độ urani.

Dung dịch chuẩn urani 0,0001 gam U_3O_8/cm^3 : Pha loãng dung dịch chuẩn 0,001 gam/cm³ 10 lần với nước cất.

Dung dịch chuẩn thori 0,0001 gam ThO_2/cm^3 : Cân 0,0500 gam thori oxit đã sấy khô ở 105 °C đến 110 °C tới khối lượng không đổi. Chuyển toàn bộ lượng cân vào cốc dung tích 100 cm³. Thêm 30 cm³ axit clohydric (1 + 1) và 5 cm³ hidropeoxit. Đun trên bếp cách cát khoảng 20 phút. Thêm một lượng nhỏ (cỡ hạt cát) natri clorua và từng lượng nhỏ natripeoxit, đun tiếp tới tan hoàn toàn. Để nguội, chuyển cẩn thận toàn bộ dung dịch vào bình định mức dung tích 500 cm³ và thêm nước cất đến vạch mức.

Anionit Dowex 1 × 8 hoặc Amberlite IRA 400, kích thước hạt 0,04 mm đến 0,08 mm (200 – 400 mesh), dạng clo.

3.2 Dụng cụ, thiết bị

Lò nung 1000 °C.

Tủ sấy 200 °C.

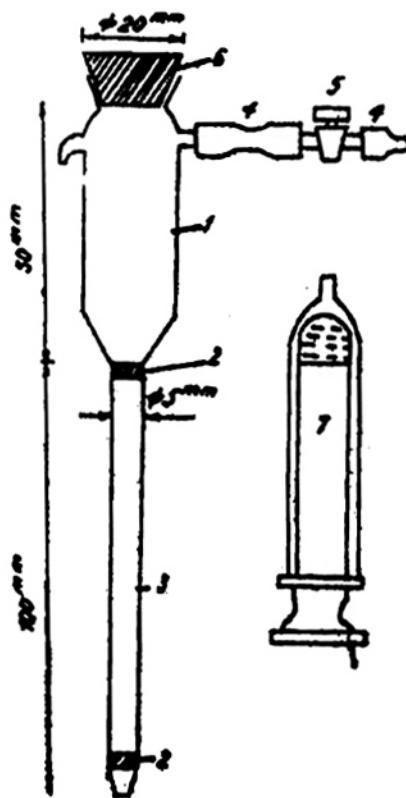
Cân phân tích có độ chính xác 0,0002 gam.

Máy đo màu quang điện.

Bơm chân không.

Bình chống ẩm chân không.

Cột sắc ký chiết: Cột làm bằng thủy tinh, tốt nhất là được Silan hóa thành phía bên trong bằng diclодimethylsilan hoặc tráng bằng dung dịch dầu silicon 5% trong tetrachlorua cacbon và sấy ở 200 °C. Hệ thống cột có hình dạng và kích thước như ở Hình 1.



Hình 1

Bột Silicagel đem sấy khô lại ở 120°C trong khoảng 30 phút rồi để nguội trong bình chống ẩm. Tri – n – butyl photphat pha loãng trong benzen hoặc tetrachlorua cacbon theo tỷ lệ thể tích 1 : 4. Để dung dịch tri – n – butyl photphat vào cốc đựng sẵn Silicagel sao cho lớp chất lỏng ngập trên bề mặt khối bột khoảng 5 mm. Trộn đều hỗn hợp trên rồi đem làm khô dung môi trong bình hút chân không tới khi các hạt không vón vào nhau nữa. Thể tích khối bột (kg nước) đem trộn với 2 thể tích dung dịch amoni nitrat 4M và lại cho vào bình hút chân không (thỉnh thoảng khuấy đảo) cho tới khi chúng bị thấm ướt hoàn toàn và chìm toàn bộ xuống dưới lớp dung dịch amoni nitrat. Chuyển hỗn hợp dị thể trên vào cột sắc ký chiết theo lối ướt tới khi đạt được chiều cao khoảng 10 cm. Chặn một lớp bông thủy tinh lên trên mặt lớp bột. Tháo bỏ dung dịch amoni nitrat và rửa lại bằng 5 ml dung dịch amoni nitrat 4M. Chú ý luôn luôn giữ một lớp mỏng dung dịch trên mặt khói bột. Trong khi thao tác, nếu trong cột có bọt khí thì phải nạp lại cột. Có thể dùng bột teflon thay thế bột silicagel. Cách tiến hành xử lý cũng tương tự như đối với silicagel.

Cột sắc ký trao đổi ion: Cột làm bằng thủy tinh có hình dạng và kích thước tương tự như cột sắc ký chiết.

Anionit dạng clo được bảo quản trong dung dịch axit clohydric 0,1 M và được nạp vào cột theo lưới ướt đến khi được khối anionit cao 10 cm. Tháo bỏ dung dịch axit clohydric 0,1 M đến vừa

hết (như khi rửa cột sắc ký chiết). Thêm 5 cm³ axit clohydric (2 + 1) và cho chảy ra khỏi cột với tốc độ giọt/5 giây cho đến khi trên bề mặt lớp anionit chỉ còn một lớp mỏng dung dịch.

4 Tiến hành xác định

4.1 Phân hủy mẫu

4.1.1 Phân hủy mẫu bằng axit

Chuyển định lượng 1,0000 g mẫu vào cốc dung tích 100 cm³ thấm ướt mẫu bằng một ít nước. Thêm 5 cm³ axit clohydric (1,19) và đậy cốc bằng nắp kính đồng hồ. Đun trên bếp cách thủy khoảng 20 phút, sau đó thêm 15 cm³ axit nitric (1,40) và đun tiếp đến khi không còn khói nâu bay ra. Đuối hết ion clo bằng cách thêm từng đợt 5 cm³ axit nitric (1,40) và đun cho đến khi không còn khói nâu, để nguội dung dịch, thêm nước cất đến thể tích 30 cm³, lọc qua giấy lọc bằng xanh. Chuyển hết cặn sang giấy lọc, tráng cốc và rửa kết tủa 5 – 6 lần bằng 5 cm³ dung dịch axit nitric 5%. Cô nước lọc đến thể tích 15 cm³ – 20 cm³.

Chuyển giấy lọc chứa cặn không tan vào chén bạch kim. Sấy khô rồi tro hóa giấy lọc ở 600°C khoảng 30 phút. Để nguội, thấm ướt bằng 2 – 3 giọt nước, thêm 2 cm³ axit sunfuric, 10 – 15 cm³ axit fluohidric. Đun trên bếp đến khi bắt đầu bốc khói trắng. Để nguội, thêm 10 cm³ axit fluohidric nữa và đun tiếp cho đến khi bốc hết khói trắng khô. Đặt chén bạch kim có chứa kết tủa vào lò, nung ở nhiệt độ 600°C trong 5 phút. Để nguội, cho vào chén 1 cm³ – 2 cm³ axit nitric (1,40) và gộp chung dung dịch lọc ra lúc đầu vào chén; đậy nắp đun trên bếp cách cát khoảng 30 phút thêm chừng 5 cm³ dung dịch nước cất, để nguội và lọc qua giấy lọc bằng xanh. Nước lọc được hứng vào cốc đã dùng để chứa nước lọc lần trước. Rửa kết tủa bằng cùng lượng 5 cm³ dung dịch axit nitric 5 % cho đến khi hết ion sắt (III) (thử bằng dung dịch chỉ thị sunfosalisilic). Cô nước lọc còn khoảng 3 cm³ – 4 cm³ để nguội, thêm 10 cm³ dung dịch amoni nitrat 4M, dùng amoni hidroxit điều chỉnh pH 2.

Đối với một số loại mẫu đặc biệt, sau khi áp dụng qui trình phản ứng trên mà không tan hết thì phản không tan cần được xử lý bằng phương pháp bổ sung (kiểm chảy):

4.1.2 Phân hủy mẫu bằng phương pháp kiểm chảy

Bã không tan được chuyển vào chén niken (hoặc chén sắt) cùng giấy lọc. Sấy khô và tro hóa giấy lọc trong lò ở 600 °C trong 20 phút. Để nguội, cho vào đáy chén 1 g – 2 g kali hidroxit hoặc natri hidroxit khan, phủ tiếp lên trên 3 g – 5 g kali hidroxit đun trên bếp điện cho chảy đều. Nung chảy trong lò ở nhiệt độ 600 °C – 700°C trong khoảng 30 phút. Trong quá trình nung chảy, thỉnh thoảng lắc chén nung cho hỗn hợp chảy đều. Để nguội bớt, thả cả chén nung vào cốc dung tích 250 cm³ đã có sẵn khoảng 100 cm³ nước cất. Khuấy cho mẫu tan hết, tráng chén nung bằng 5 cm³ axit nitric 5 %. Axit hóa dung dịch đến pH 1 – 2 bằng axit nitric (1 + 1). Thêm 1 – 2 giọt hydropeoxit khuấy kỹ, lọc qua giấy lọc bằng xanh. Tráng cốc, rửa giấy lọc 2 – 3 lần bằng 5 cm³

axit nitric 5%. Gộp chung và cô cạn dung dịch cùng với nước lọc sau khi phân hủy bằng axit ở phần trên.

4.2 Tách mẫu

4.2.1 Tách urani và thôri

Chuyển dung dịch trên vào cột sắc ký chiết, cho chảy với tốc độ giọt/10 giây đến vừa hết. Tráng cốc và bầu cột bằng những lượng nhỏ (5 cm^3) dung dịch amoni nitrat 4M, giữ tốc độ chảy giọt/10 giây. Tiếp tục rửa cột sắc ký chiết bằng dung dịch amoni nitrat 4M cho tới khi hết ion sắt (III). Dung dịch chảy ra được hứng vào cốc dung tích 250 cm^3 (dung dịch A) để xác định tổng các nguyên tố đất hiếm.

Cho 5 cm^3 amoni hidroxit không chứa cacbonat chảy qua cột, sau đó cho chảy tiếp qua cột 10 cm^3 dung dịch natri cacbonat 0,5%.

Giữ tốc độ giọt/giây. Hứng toàn bộ dung dịch rửa vào cốc dung tích 50 cm^3 (dung dịch B) để xác định Urani và thôri. Rửa cột sắc ký chiết bằng dung dịch amoni nitrat 5% có pH 9 tới khi hết ion cacbonat. Cột sắc ký chiết có thể sử dụng tối đa 30 lần.

4.2.2 Tách riêng Urani và thôri

Dung dịch B được cô trên bếp cách cát đến vừa cạn. Thêm 5 cm^3 axit clohidric (1,19), cô tiếp đến thể tích khoảng 1 cm^3 , chuyển dung dịch vào bột sắc ký trao đổi ion. Rửa cốc hai lần bằng 5 cm^3 axit clohydric (2 + 1). Nước rửa cũng được chuyển vào cột sắc ký. Cho dung dịch chảy ra với tốc độ giọt/10 giây cho đến vừa hết. Tráng bầu cột sắc ký hai lần bằng 4 cm^3 axit clohydric (2 + 1) và cho chảy ra tiếp tục với tốc độ trên. Hứng toàn bộ dung dịch chảy vào cốc dung tích 50 cm^3 (Dung dịch C) để xác định thôri.

Thêm vào cột sắc ký 5 cm^3 axit clohydric 0,1 M và cho chảy ra với tốc độ giọt/10 giây. Hứng dung dịch chảy ra vào cốc dung tích 25 cm^3 (dung dịch D) để xác định Urani. Sau khi sử dụng, cột sắc ký được tạo lại môi trường bằng 5 cm^3 axit clohydric (2 + 1).

4.3 Xác định hàm lượng các nguyên tố

4.3.1 Xác định hàm lượng tổng đất hiếm oxit

Dung dịch A đem đun nóng và thêm từ từ amoni hidroxit đến khi xuất hiện một ít kết tủa không tan. Thêm dư amoni hidroxit để kết tủa hoàn toàn đất hiếm. Để nguội lọc qua giấy lọc bằng đở, rửa kết tủa bằng dung dịch amoni nitrat 5% có pH 9 khoảng 5 – 6 lần. Chuyển kết tủa cùng giấy lọc vào cốc dung tích 250 cm^3 , thêm từ từ dung dịch axit clohydric (1 + 1), khuấy mạnh và ngừng cho axit khi dung dịch hạt pH 2. Thêm 1 – 2 giọt dung dịch axit Sunfosalisilic, và cho từ từ dung dịch EDTA tới khi mất màu đỏ của chỉ thị. Cho vào cốc 20 cm^3 dung dịch axit oxalic bão hòa, khuấy kỹ, đun nóng đến khoảng $80\text{ }^\circ\text{C}$. Điều chỉnh dung dịch về pH 2 bằng amoni hidroxit. Giữ nhiệt độ dung dịch ở $70\text{ }^\circ\text{C} – 80\text{ }^\circ\text{C}$ trong một giờ. Để nguội qua đêm, lọc kết tủa qua giấy lọc

băng xanh. Rửa kết tủa 5 – 6 lần bằng dung dịch axit axio xalic 5 %, mỗi lần 5 cm³. Chuyển giấy lọc cùng với kết tủa vào chén sứ nhỏ đã nung tới trọng lượng không đổi, sấy khô kết tủa, đốt và nung ở 800 °C trong 3 giờ. Chuyển chén nung vào bình chống ẩm để nguội và đem cân để xác định hàm lượng tổng oxit đất hiếm.

4.3.2 Xác định hàm lượng thôri oxit

Dung dịch C đem cô cạn trên bếp cách cát. Dùng hỗn hợp dung dịch axit clohydric 3M và axit oxalic ngâm 2 phần tử nước 1,6% chuyển toàn bộ dung dịch C sang bình định mức dung tích 10 cm³ sao cho vừa đến vạch mức. Lấy một lượng dung dịch cần thiết (theo Bảng 1) vào bình định mức dung tích 10 cm³ thêm 0,5 cm³ dung dịch Asenazo III 0,1% lắc đều và định mức bằng hỗn hợp axit trên.

Đo mật độ quang ở bước sóng 650 nm hoặc qua kính lọc đỏ tương ứng. Dung dịch so sánh có thành phần như dung dịch mẫu nhưng không có thôri. Dựa vào đường chuẩn để xác định lượng thôri oxit.

Bảng 1

Hàm lượng trong mẫu, %	Thể tích dung dịch cần lấy, cm ³
Nhỏ hơn 0,005	4,0
Từ 0,005 đến nhỏ hơn 0,050	1,0
Từ 0,050 đến 0,100	0,2

4.3.3 Xác định hàm lượng Uran oxit

Thêm từng giọt amoni hidroxit không chứa cacbon vào dung dịch D đến pH 2 – 3 rồi chuyển toàn bộ vào bình định mức dung tích 10 cm³. Tráng cốc và định mức bằng dung dịch đệm monocloaxetat – axit monocloaxetic.

Lấy một dung dịch cần thiết (theo Bảng 2) vào bình định mức dung tích 10 cm³. Thêm 1,0 cm³ dung dịch asenazo III 0,1% lắc đều vào thêm dung dịch đệm nối trên cho tới vạch mức. Đo mật độ quang của dung dịch mẫu vừa chuẩn bị ở bước sóng 650 nm hoặc qua kính lọc đỏ tương ứng. Dung dịch so sánh có thành phần giống như dung dịch mẫu nhưng không có Urani. Hàm lượng Urani oxit được xác định theo đường chuẩn.

Bảng 2

Hàm lượng uranioxit trong mẫu, %	Thể tích dung dịch cần lấy, cm ³
Dưới 0,005	4,0
Từ 0,005 đến nhỏ hơn 0,050	1,0
Từ 0,050 đến 0,100	0,2

5 Lập đường chuẩn

5.1 Lập đường chuẩn cho thori oxit

Lấy những thể tích dung dịch chuẩn 0,10; 0,20; 0,30; 0,40 và 0,50 cm³ vào các bình định mức dung tích 10 cm³. Thêm vào mỗi bình 5 cm³ hỗn hợp dung dịch axit clohydric 3M, axit oxalic 1,6%, 0,5 cm³ dung dịch asenazo III 0,1%, lắc đều và định mức bằng dung dịch hỗn hợp axit nói trên. Đo mật độ quang của các dung dịch ở bước sóng 650 nm hoặc qua kính lọc đỏ tương ứng. Dung dịch so sánh có thành phần như dung dịch mẫu nhưng không chứa thori.

Đường chuẩn là đường biểu diễn sự phụ thuộc của mật độ quang vào nồng độ thori có trong các dung dịch trên hệ tọa độ vuông góc.

5.2 Đường chuẩn của Urani oxit

Lấy những lượng 0,10; 0,20; 0,30; 0,50 và 0,70 cm³ dung dịch Urani chuẩn có nồng độ 0,0001g/cm³, vào các bình định mức dung tích 10 cm³ cho vào mỗi bình 5 cm³ dung dịch đệm mōncloaxetat axit mōncloaxetic và 1,0 cm³ dung dịch asenazo III 0,1% định mức bằng dung dịch đệm nói trên và lắc đều. Đo mật độ quang của các dung dịch vừa chuẩn ở bước sóng 650 nm hoặc qua kính lọc đỏ tương ứng. Dung dịch so sánh có thành phần như dung dịch mẫu không chứa urani. Đường chuẩn lập tương tự như đối với thori.

6 Tính kết quả

6.1 Hàm lượng tổng đất hiếm oxit

Hàm lượng tổng đất hiếm oxit (X) tính bằng phần trăm theo công thức:

$$X = \frac{G_2 - G_1}{G} \times 100$$

Trong đó:

G là khối lượng mẫu quặng đem phân tích, g;

G₁ là khối lượng chén nung, g;

G₂ là khối lượng chén nung và tổng đất hiếm oxit, g;

6.2 Hàm lượng thori oxit

Hàm lượng thori oxit (X) tính bằng phần trăm theo công thức:

$$X = \frac{G_1 \times 100}{V \times G} \times 100$$

Trong đó:

G là khối lượng mẫu quặng đem phân tích, g;

G₁ là lượng thori oxit tìm được theo đường chuẩn, g;

V là thể tích dung dịch lấy để so mẫu, cm³;

6.3 Hàm lượng urani oxit

Hàm lượng urani oxit (X) tính bằng phần trăm theo công thức:

$$X = \frac{G_1 \times 100}{V \times G} \times 100$$

Trong đó:

G là khối lượng mẫu quặng đem phân tích, g;

G_1 là lượng urani oxit tìm được theo đường chuẩn, g;

V là thể tích dung dịch lấy để so mẫu, cm³;

7 Độ chính xác của phép xác định

7.1 Đối với tổng đất hiếm oxit (Bảng 3)

Bảng 3

Đơn vị tính %

Hàm lượng tổng đất hiếm oxit	Độ lệch cho phép
Từ 0,5 đến 1,0	0,10
Từ 1,0 đến 3,0	0,15
Từ 3,0 đến 5,0	0,30

7.2 Đối với thôri oxit (Bảng 4)

Bảng 4

Đơn vị tính %

Hàm lượng thôri oxit	Độ lệch cho phép
Dưới 0,005	0,0015
Từ 0,005 đến 0,010	0,0020
Từ 0,010 đến 0,025	0,0040
Từ 0,025 đến 0,050	0,0060
Từ 0,050 đến 0,100	0,0080

7.3 Đối với Urani oxit (Bảng 5)

Bảng 5

Đơn vị tính %

Hàm lượng Urani oxit	Độ lệch cho phép
Dưới 0,005	0,0015
Từ 0,005 đến 0,010	0,0020
Từ 0,010 đến 0,025	0,0040
Từ 0,025 đến 0,050	0,0060
Từ 0,050 đến 0,100	0,0080

Do độ lệch tối đa giữa các kết quả xác định song song của mỗi một đối tượng không được lớn hơn độ lệch cho phép nêu ở các bảng trên. Nếu lớn hơn thì phải xác định lại. Kết quả cuối cùng là trung bình cộng của ba kết quả xác định song song.
