

TCVN 12126:2017

ISO 10378:2016

**TINH QUẶNG ĐỒNG, CHÌ VÀ KẼM SULFUA -
XÁC ĐỊNH VÀNG VÀ BẠC - PHƯƠNG PHÁP NHIỆT
NGHIỆM KHỐI LƯỢNG VÀ QUANG PHỔ HẤP THỤ
NGUYÊN TỬ NGỌN LỬA**

*Copper, lead and zinc sulfide concentrates - Determination of gold and silver -
Fire assay gravimetric and flame atomic absorption spectrometric method*

Lời nói đầu

TCVN 12126:2017 hoàn toàn tương đương với ISO 10378:2016.

TCVN 12126:2017 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC102 *Quặng sắt* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Lời giới thiệu

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định phần khối lượng vàng và bạc trong tinh quặng đồng, chì và kẽm sulfua. Tiêu chuẩn được xây dựng để giúp cho các phòng thử nghiệm có thể xác định phần khối lượng vàng và bạc trong các mẫu phù hợp theo các phương pháp sử dụng thiết bị.

Tinh quặng đồng, chì và kẽm sulfua – Xác định vàng và bạc – Phương pháp nhiệt nghiệm khối lượng và quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa

Copper, lead and zinc sulfide concentrates – Determination of gold and silver – Fire assay gravimetric and 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. Trách nhiệm của người sử dụng tiêu chuẩn này là phải thiết lập các quy tắc thực hành thích hợp đảm bảo sức khỏe, an toàn và xác định khả năng áp dụng các giới hạn của luật định trước khi sử dụng.

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp nhiệt nghiệm khối lượng và quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa để xác định hàm lượng vàng và bạc có trong tinh quặng đồng, chì và kẽm sulfua như sau.

– Tinh quặng đồng

Phương pháp này áp dụng để xác định các hàm lượng vàng từ 0,5 g/t đến 300 g/t và hàm lượng bạc từ 25 g/t đến 1 500 g/t có trong tinh quặng đồng sulfua có hàm lượng đồng từ 15 % đến 60 %.

– Tinh quặng chì

Phương pháp này áp dụng để xác định các hàm lượng vàng từ 0,1 g/t đến 25 g/t và hàm lượng bạc từ 200 g/t đến 3 500 g/t có trong tinh quặng chì sulfua có hàm lượng chì từ 10 % đến 80 %.

– Tinh quặng kẽm

Phương pháp này áp dụng để xác định các hàm lượng vàng từ 0,1 g/t đến 12 g/t và hàm lượng bạc từ 10 g/t đến 800 g/t có trong tinh quặng kẽm sulfua có hàm lượng kẽm đến 60 %.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng phiên 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 1044 (ISO 4787), *Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh – Dụng cụ đo thể tích – Phương pháp thử dung tích và cách sử dụng.*

TCVN 4851 (ISO 3696), *Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử*

TCVN 7149 (ISO 385), *Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh – Buret*

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 một vạch*

TCVN 12125 (ISO 9599), *Tinh quặng đồng, chì, kẽm và niken sulfua – Xác định hàm lượng ẩm của mẫu phân tích – Phương pháp khối lượng*

3 Nguyên tắc

3.1 Qui định chung

Phương pháp nhiệt nghiệm để xác định vàng và bạc bao gồm nhiều bước, đầu tiên là tách các kim loại quý ra khỏi hầu hết các kim loại kèm theo, sau đó tách vàng ra khỏi bạc và các kim loại khác được làm giàu trong hợp kim kim loại quý.

Các bước của các phép xác định được mô tả từ 3.2 đến 3.6.

3.2 Nung chảy

Các mẫu được nung chảy trong chén sau khi trộn với chất nung chảy gốc chì oxit, trong các điều kiện khử, thu được các kim loại quý ở dạng viên chì kim loại.

3.3 Cupen hóa

Các kim loại khác có trong viên chì về cơ bản được tách ra khỏi các kim loại quý bằng phương pháp nung chảy oxy hóa. Quá trình cupen tạo các hạt phần lớn gồm hợp kim bạc-vàng và một lượng nhỏ các kim loại khác.

3.4 Chia tách

Vàng được tách ra khỏi các hạt sơ cấp bằng cách xử lý với axit nitric. Cân các mẫu vàng nhỏ. Các mẫu vàng có khối lượng nhỏ hơn 50 µg được hòa tan trong dung dịch cường thủy và tiến hành xác định vàng bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử (AAS). Bạc được xác định trong dung dịch chia tách bằng AAS.

3.5 Xử lý lại

Tất cả các cặn đều được xử lý lại để thu hồi tối đa lượng vàng và bạc. Không cần bổ sung các bộ thu gom vàng hoặc bạc, vì sau quá trình cupen cả hai kim loại vàng và bạc đều xuất hiện trong các lượng vừa đủ để có thể nhìn thấy được. Hạt thứ cấp được hòa tan trong các axit theo đó phân tích cả hai kim loại bằng AAS.

3.6 Hiệu chỉnh tạp chất mẫu trắng

Sự nhiễm bẩn các tạp chất vàng và bạc trong các thuốc thử được hiệu chỉnh bằng cách nung chảy các thuốc thử không có phần mẫu thử.

4 Hóa chất, thuốc thử

Trong quá trình phân tích, chỉ sử dụng các hóa chất cấp phân tích được công nhận và nước phù hợp các yêu cầu đối với loại 2 của TCVN 4851 (ISO 3696).

4.1 Natri cacbonat, khan

4.2 Chì oxit (Litharge) (PbO), độ tinh khiết cấp thuốc thử có hàm lượng vàng nhỏ hơn 0,01 g/t và hàm lượng bạc nhỏ hơn 0,2 g/t.

4.3 Silic dioxit, kết tủa

4.4 Kali nitrat hoặc natri nitrat

CHÚ THÍCH: Nếu sử dụng natri nitrat, thì các khối lượng qui định cho kali nitrat sẽ phải sửa đổi:

$$\text{số gam của KNO}_3 \times 85,0/101,1 = \text{số gam của NaNO}_3$$

4.5 Bột mì

4.6 Borac, natri tetraborat khan đã nung chảy (bột thủy tinh borac).

4.7 Axit nitric, đậm đặc (ρ_{20} 1,42 g/ml), nồng độ clorua < 0,5 µg/ml.

4.8 Axit nitric, pha loãng 1 + 1.

Vừa khuấy vừa cho từ từ 500 ml axit nitric đậm đặc (4.7) vào 500 ml nước.

4.9 Chì dạng lá, có hàm lượng vàng nhỏ hơn 0,01 g/t và hàm lượng bạc nhỏ hơn 0,2 g/t.

4.10 Bạc, độ tinh khiết tối thiểu 99,99 %.

4.11 Axit clohydric, (ρ_{20} 1,16 g/ml đến 1,19 g/ml).

4.12 Thiourea, dung dịch 10 g/l.

Cho 1 g thiourea vào 100 ml nước.

4.13 Dung dịch cường thủy

Trộn ba phần axit clohydric (4.11) với một phần axit nitric (4.7). Pha chế khi cần dùng.

4.14 Các dung dịch chuẩn

Chuẩn bị các dung dịch chuẩn tại cùng nhiệt độ môi trường như khi tiến hành các phép xác định.

4.14.1 Bạc, dung dịch chuẩn gốc A (500 µg Ag/ml).

Cân 0,500 0 g kim loại bạc chính xác đến 0,1 mg. Chuyển vào cốc dung tích 100 ml, cho vào 20 ml axit nitric loãng (4.8) và làm ấm lên để hòa tan. Để nguội và thêm 20 ml axit nitric đậm đặc (4.7).

Chuyển vào bình định mức dung tích 1 000 ml, dùng nước làm đầy đến gần vạch mức, lắc đều và để nguội đến nhiệt độ phòng, sau đó làm đầy chính xác đến vạch mức và lắc đều lại.

4.14.2 Bạc, dung dịch chuẩn gốc B (50 µg Ag/ml).

Dùng pipet lấy 10,00 ml dung dịch bạc gốc chuẩn A (4.14.1) vào bình định mức dung tích 100 ml, dùng nước làm đầy đến gần vạch mức, lắc đều và để nguội đến nhiệt độ phòng, sau đó làm đầy chính xác đến vạch mức và lắc đều lại.

Chuẩn bị dung dịch mới cho từng mẻ.

4.14.3 Vàng, dung dịch chuẩn (1 000 µg Au/ml).

Cân 1,000 g kim loại vàng chính xác đến 0,1 mg. Chuyển vào cốc dung tích 200 ml, cho vào 25 ml dung dịch cường thủy (4.13) và làm ấm lên để hòa tan. Để nguội và chuyển vào bình định mức dung tích 1000 ml. Thêm 75 ml axit clohydric (4.11), dùng nước làm đầy đến gần vạch mức, lắc đều và để nguội đến nhiệt độ phòng, sau đó làm đầy chính xác đến vạch mức và lắc đều lại.

4.14.4 Vàng và bạc, dung dịch chuẩn (100 µg Au/ml + 50 µg Ag/ml).

Dùng pipet lấy 10,00 ml dung dịch bạc gốc chuẩn A (4.14.1) cho vào bình định mức dung tích 100 ml. Thêm 40 ml axit clohydric (4.11). Dùng pipet lấy 10,00 ml dung dịch vàng chuẩn (4.14.3) cho vào bình định mức đó. Dùng nước làm đầy đến gần vạch mức, lắc đều và để nguội đến nhiệt độ phòng, sau đó làm đầy chính xác đến vạch mức và lắc đều lại.

4.15 Các dung dịch đường chuẩn

Chuẩn bị các dung dịch đường chuẩn tại cùng nhiệt độ môi trường như khi tiến hành các phép xác định.

4.15.1 Các dung dịch đường chuẩn vàng/bạc

Dùng pipet lấy 0,0 ml, 1,00 ml, 2,00 ml, 5,00 ml và 10,00 ml dung dịch chuẩn vàng và bạc (4.14.4) cho vào một loạt các bình định mức một vạch 100 ml.

Cho vào từng bình 40 ml axit clohydric (4.11), dùng nước làm đầy đến gần vạch mức, lắc đều và để cân bằng tại nhiệt độ phòng, sau đó làm đầy chính xác đến vạch mức và lắc đều lại.

Các dung dịch này có chứa 0,0 µg Au/ml, 1,00 µg Au/ml, 2,00 µg Au/ml, 5,00 µg Au/ml và 10,00 µg Au/ml, và 0,0 µg Ag/ml, 0,50 µg Ag/ml, 1,00 µg Ag/ml, 2,50 µg Ag/ml, và 5,00 µg Ag/ml, và các dung dịch này được chuẩn bị mới.

4.15.2 Các dung dịch đường chuẩn bạc

Dùng pipet lấy 0,0 ml, 1,00 ml, 2,00 ml, 4,00 ml, 6,00 ml, 8,00 ml và 10,00 ml dung dịch bạc chuẩn B (4.14.2) cho vào một loạt các bình định mức dung tích 100 ml. Cho vào từng bình 10 ml axit nitric (4.7), dùng nước làm đầy đến gần vạch mức, lắc đều và để cân bằng tại nhiệt độ phòng, sau đó làm đầy chính xác đến vạch mức và lắc đều lại.

Các dung dịch này có chứa 0,0 µg Ag/ml, 0,50 µg Ag/ml, 1,00 µg Ag/ml, 2,00 µg Ag/ml, 3,00 µg Ag/ml, 4,00 µg Ag/ml và 5,00 µg Ag/ml, và các dung dịch này được chuẩn bị mới.

Sự nhiễm bởi các tạp chất vàng và bạc trong các thuốc thử được hiệu chỉnh bằng cách cho nóng chảy các thuốc thử, không bao gồm phần mẫu thử.

5 Thiết bị, dụng cụ

5.1 Lò nung luyện, có nhiệt độ vận hành lớn nhất yêu cầu bằng 1 200 °C.

5.2 Lò múp, có nhiệt độ vận hành lớn nhất yêu cầu bằng 1 100 °C. Tốt nhất nên sử dụng loại lò có bộ hiển thị nhiệt độ, tự động điều chỉnh nhiệt độ, và dòng không khí được kiểm soát.

5.3 Chén nung, được làm bằng đất sét chịu lửa, có dung tích danh nghĩa từ 200 ml đến 600 ml, chịu ăn mòn bởi mẫu và các chất nung chảy tại 1 100 °C.

5.4 Chén cupen, làm bằng magie oxit, hoặc các chén tro-xương có dung tích danh nghĩa chứa được 50 g chì nóng chảy.

Đáy trong chén lõm hình lòng chảo, như khuyến cáo trong các tài liệu về nhiệt nghiệm nêu tại Thư mục tài liệu tham khảo.

5.5 Khuôn đúc hình nón, làm bằng gang đúc, có dung tích đủ để chứa tất cả các chất chì nóng chảy và xỉ từ chén nung chảy.

5.6 Cân phân tích, chính xác đến 1 mg.

5.7 Cân phân tích, chính xác đến bằng hoặc nhỏ hơn 1 µg.

5.8 Dụng cụ thủy tinh thông thường của phòng thử nghiệm, được làm sạch không có clorua.

5.9 Các dụng cụ thể tích bằng thủy tinh, loại A phù hợp các TCVN 7149 (ISO 385), TCVN 7151 (ISO 648), và TCVN 7153 (ISO 1042) và sử dụng phù hợp với TCVN 1044 (ISO 4787).

5.10 Máy quang phổ hấp thụ nguyên tử (AAS), được trang bị hiệu chỉnh nền và hạt thủy tinh trong buồng phun.

5.11 Máy quang phổ phát xạ nguyên tử plasma cặp cảm ứng (ICP).

5.12 Máy nghiền mịn (Pulverizer).

5.13 Bếp điện.

6 Mẫu

6.1 Mẫu thử

Chuẩn bị mẫu thử đã cân bằng trong không khí theo TCVN 12125 (ISO 9599).

CHÚ THÍCH: Không yêu cầu chuẩn bị mẫu thử nếu sử dụng các phần mẫu thử đã sấy sơ bộ (xem Phụ lục A).

6.2 Phần mẫu thử

Lấy nhiều mẫu đơn từ mẫu thử để có mẫu thử nghiệm theo cách sao cho đảm bảo tính đại diện cho toàn bộ tinh quặng trên đĩa hoặc khay. Cân khoảng 10 g đến 20 g mẫu thử chính xác đến 1 mg. Cùng lúc đó cân các phần mẫu thử dùng cho phép phân tích, cân các phần mẫu thử để xác định hàm lượng ẩm theo TCVN 12125 (ISO 9599).

CHÚ THÍCH 1: Độ chum của phép xác định khối lượng vàng có trong một lô là tổng của độ chum lấy mẫu và phân tích. Sự có mặt của vàng dạng hạt trong tinh quặng góp phần làm giảm độ chum thành phần phân tích của độ chum toàn phần. Khi đã biết là có vàng dạng hạt trong tinh quặng làm giảm độ chum, khuyến cáo sử dụng các phương pháp trộn và lấy mẫu sau.

a) Trộn đều mẫu theo các phương pháp như mô tả tại ISO 12743:2006:

- 15.3.2 c), thanh khuấy;
- 15.3.2 e), dụng cụ chia mẫu dạng rãnh hoặc quay.

Khuyến cáo không áp dụng các phương pháp nêu trong ISO 12743:2006, 15.3.2, a), b) và d).

b) Lấy phần mẫu thử từ mẫu thử sử dụng các phương pháp sau mô tả tại ISO 12743:2006:

- 15.4.1 a), quay chia mẫu;
- 15.3.2 f), băng chia mẫu.

Khuyến cáo không áp dụng các phương pháp nêu trong ISO 12743, 15.3.2, b), e) và g).

Ngoài ra, có thể sử dụng phương pháp qui định tại Phụ lục A để chuẩn bị các phần mẫu thử đã sấy sơ bộ từ mẫu phòng thử nghiệm.

Nếu phần mẫu thử có chứa asen cao hơn 2 %, thì phải loại bỏ nguyên tố này theo qui trình nêu tại Phụ lục J; nếu không thì có thể gây cản trở trong bước tách kim loại.

CHÚ THÍCH 2: Nếu hàm lượng đồng lớn hơn 30 %, thì khối lượng phần mẫu thử là 10 g hoặc 15 g là phù hợp (xem đoạn thứ tư của 7.4).

Đối với các loại tinh quặng chì, khối lượng phần mẫu thử nên là 10 g để đảm bảo cung cấp đủ lượng chì.

7 Cách tiến hành

7.1 Số lượng các phép xác định

Đối với từng mẫu thử, thực hiện ít nhất một phép xác định hai lần lặp lại, đảm bảo càng đúng theo các điều kiện lặp lại càng tốt.

CHÚ THÍCH 1: Các điều kiện lặp lại xảy ra khi các kết quả thử không phụ thuộc lẫn nhau, thu được khi sử dụng cùng một phương pháp trên cùng một vật liệu thử trong cùng một phòng thử nghiệm do cùng một thí nghiệm viên thực hiện trên cùng một thiết bị, trong các khoảng thời gian ngắn.

CHÚ THÍCH 2: Trong trường hợp khi tỷ lệ của bạc trên vàng không lớn hơn 2,5:1 và thực hiện qui trình qui định tại 7.10 để xác định bạc, thì cần phải thực hiện các phép xác định riêng ra (xem Phụ lục D). Vì vậy, cần bốn phần mẫu thử, tức là hai phần cho phép xác định vàng và hai phần cho phép xác định bạc.

CHÚ THÍCH 3: Phụ lục I nêu lưu đồ của phương pháp xác định.

7.2 Nung chảy thử

Sử dụng qui trình nung chảy thử như mô tả tại Phụ lục B, nhằm đảm bảo viên chì có khối lượng trong khoảng từ 30 g đến 45 g.

7.3 Phép thử trắng

Thực hiện phép thử trắng như mô tả tại Phụ lục C song song với phép phân tích, sử dụng cùng một lượng của tất cả các thuốc thử, cho đủ lượng bột mì (4.5) vào chất nung chảy để có viên chì bằng khoảng 30 g đến 45 g. Không có phần mẫu thử và kali nitrat. Tổng các kết quả của phép thử trắng không được vượt quá 5 µg vàng hoặc 100 µg bạc.

7.4 Chuẩn bị các thành phần chất nung chảy

Xác định khối lượng của kali nitrat (4.4) và bột mì (4.5) cần thiết trong phần để nạp, như được đưa ra trong nung thử đã chỉ ra (xem Phụ lục B), và bao gồm thuốc thử này trong hỗn hợp trợ cháy. Các khối lượng điển hình của các thành phần chất nung chảy đối với tinh quặng đồng, chì và kẽm được nêu tương ứng tại Bảng 1 đến Bảng 3.

Trộn kỹ phần mẫu thử với chất nung chảy.

Việc trộn thật kỹ các thành phần chất nung chảy và phần mẫu thử là rất quan trọng. Tất cả các thành phần chất nung chảy phải ở trạng thái mịn với cỡ hạt tốt nhất là nhỏ hơn 0,5 mm.

Bảng 1 – Khối lượng điển hình của các thành phần chất nung chảy đối với tinh quặng đồng

Các thành phần chất nung chảy	Khối lượng, g
Natri cacbonat (4.1)	30
Chì oxit (4.2)	210
Silica (4.3)	25
Kali nitrat (4.4)	-
Bột mì (4.5)	-
Phần mẫu thử	20

Nếu hàm lượng của đồng lớn hơn 30 %, thì khối lượng chì oxit phải gấp 30 lần khối lượng đồng cộng 35 g đối với viên chì. Cách khác, có thể sử dụng 10 g hoặc 15 g trong khi duy trì thành phần chất nung chảy như nêu tại Bảng 1. Nếu có khó khăn để có được chất nung chảy lỏng, thì có thể giảm lượng silica như khuyến cáo trong Bảng 1 xuống còn 19 g, trong đó có 6 g borac.

Bảng 2 – Khối lượng điển hình của các thành phần chất nung chảy đối với tinh quặng chì

Các thành phần chất nung chảy	Khối lượng, g
Natri cacbonat (4.1)	30
Chì oxit (4.2)	100
Silica (4.3)	10
Borac (4.6)	10
Kali nitrat (4.4)	-
Bột mì (4.5)	-
Phần mẫu thử	10

Bảng 3 – Khối lượng điển hình của các thành phần chất nung chảy đối với tinh quặng kẽm

Các thành phần chất nung chảy	Khối lượng, g
Natri cacbonat (4.1)	30
Chì oxit (4.2)	120
Silica (4.3)	10
Borac (4.6)	10
Kali nitrat (4.4)	-
Bột mì (4.5)	-
Phần mẫu thử	20

Cho hỗn hợp trợ chảy vào chén (5.3).

7.5 Nung chảy sơ cấp

Cho các chén thử vào lò (5.1) đã được gia nhiệt trước đến khoảng 900 °C.

Nếu sử dụng các lò đốt bằng dầu hoặc ga, thì phải ngắt ngay dòng nhiên liệu trước khi mở lò.

Nâng dần dần nhiệt độ lò lên 1000 °C đến 1050 °C. Duy trì nhiệt độ này cho đến khi khối chảy yên lặng trong ít nhất 10 min.

Nhiệt độ cài đặt tối ưu cho lò phụ thuộc vào kết cấu lò và vị trí đặt nhiệt kế. Nếu dưới đáy chén thử vẫn còn vật liệu không chảy, thì phải tăng nhiệt độ cài đặt của lò lên và lặp lại quá trình thử.

Để giảm thiểu sự ăn mòn chén và sự tích tụ các tạp chất trong viên chì, tổng thời gian nung chảy không được vượt quá 40 min. Tuy nhiên, quá trình nung chảy có thể cần thêm thời gian để ổn định, vì vậy thời gian nung chảy có thể cần kéo dài hơn 40 min.

Khuyến cáo sử dụng chụp bằng đất sét chịu lửa hoặc lớp muối hoặc borac dày khoảng 12 mm để ngăn ngừa hao hụt vật liệu thử do bụi bay hoặc sôi trào. Nếu sử dụng borac để chụp/đậy thì lượng chất nung chảy cũng giảm theo. Nếu thấy trên xỉ có hiện tượng "bắn ra" của chì (điều này thường xảy ra đối với quặng kẽm), khuyến cáo nên cho thêm borac.

Đổ hỗn hợp chảy vào khuôn hình nón khô (5.5), cần chú ý để không bị hao hụt chì hoặc xỉ. Giữ lại chén để xử lý lại nung chảy.

Để hỗn hợp nguội và cẩn thận tách viên chì ra khỏi xỉ. Đập búa lên viên chì vừa đủ để loại bỏ các hạt xỉ nhỏ bám vào. Giữ phần xỉ để xử lý lại.

Cân viên chì. Nếu khối lượng viên chì nhỏ hơn 30 g hoặc lớn hơn 45 g, thì bỏ viên chì và xỉ đó và lặp lại thử nghiệm sau khi điều chỉnh tác nhân oxy hóa thích hợp (xem Phụ lục B).

CHÚ THÍCH: Khối lượng viên chì nhỏ hơn 30 g có thể chứng tỏ hiệu suất thu gom kém, còn khi khối lượng này lớn hơn 45 g thì có thể có chứa các lượng đồng và các kim loại khác khác cao hơn.

7.6 Cupen hóa

Cho viên chì thu được tại (7.5) vào trong chén cupen (5.4) đã gia nhiệt trước và đặt vào lò múp (5.2) tại 900 °C. Cho quá trình tách kim loại quý diễn ra tại nhiệt độ lò múp thấp hơn bằng khoảng 860 °C với dòng không khí ổn định.

Các thay đổi phụ thuộc vào loại chén cupen và các điều kiện vận hành lò. Trong trường hợp chén cupen làm bằng tro xương, thì khuyến cáo nhiệt độ tách là 820 °C.

CHÚ THÍCH 1: Trong trường hợp chỉ xác định vàng, thì có thể là hữu ích khi tăng nhiệt độ lò lên 900 °C để kết thúc quá trình tách kim loại quý sau khi nhìn thấy trên chén tách có chì tan chảy với đường kính khoảng 10 mm [xấp xỉ 80 % (khối lượng) của chì đã hấp thụ].

Khi tách bằng cupen các nhiệt độ cao sẽ gây hao hụt bạc nhiều hơn, còn các nhiệt độ thấp có thể gây hiện tượng hạt “đóng băng” và làm cho quá trình tách sẽ không hoàn toàn. Khuyến cáo thực hiện xác định lượng hao hụt bạc trong quá trình tách bằng cupen, dựa vào đó quyết định các điều kiện vận hành lò (Phụ lục E).

Lấy chén cupen ra khỏi lò và để nguội.

Cẩn thận tách các hạt sơ cấp và dùng bàn chải loại bỏ các vật liệu dính vào hạt cupen. Làm phẳng nhẹ các hạt và cho vào chén sứ dung tích 30 ml.

CHÚ THÍCH 2: Có thể dùng ống nghiệm thay cho chén sứ.

CHÚ THÍCH 3: Trong trường hợp khi tỷ lệ của bạc trên vàng trong hạt sơ cấp lớn hơn 2,5 đến 1, thì xác định bạc bằng phương pháp khối lượng thay cho qui trình qui định tại 7.10. Đối với phương pháp khối lượng, cân hạt sơ cấp chính xác đến 1 µg (m_0), tính bằng microgam, tiến hành tách theo qui trình nêu tại 7.8, và xác định các tạp chất trong dung dịch tách và rửa theo qui trình qui định tại Phụ lục G.

CHÚ THÍCH 4: Nếu có khó khăn để thu hồi hạt do kích cỡ nhỏ, thì thêm 1 mg paladi trước khi nung chảy. Trong trường hợp này, hạt paladi được hòa tan và xác định theo qui trình nêu tại 7.9.

Giữ chén cupen lại để tiếp tục xử lý cặn.

7.7 Xử lý lại phần cặn

Cho cả cupen và xỉ vào máy nghiền (5.12) và nghiền khoảng 20 s để vật liệu giảm kích cỡ xuống nhỏ hơn 150 µm.

Nếu sử dụng các chén cupen magie, khuyến cáo xử lý chén cupen và xỉ riêng biệt.

CHÚ THÍCH 1: Nghiền lâu sẽ làm cho vật liệu dính kết/đóng bánh và làm tăng nhiệt bị nghiền.

CHÚ THÍCH 2: Có thể làm sạch máy nghiền giữa các lần nghiền mẫu bằng cách nghiền các phần nhỏ của thủy tinh hoặc thạch anh vụn.

Trộn kỹ các cặn nghiền mịn với chất nung chảy. Thành phần điển hình của chất nung chảy được nêu trong Bảng 4.

Bảng 4 – Khối lượng điển hình của các thành phần chất nung chảy để xử lý lại cặn

Thành phần chất nung chảy	Khối lượng, g	
	Cupen magie oxit	Cupen tro xương
Natri cacbonat (4.1)	50 đến 60	40
Chì oxit (4.2)	50 đến 60	45
Silica (4.3)	50 đến 60	20
Bột (4.4)	4	2 đến 3
Borac (4.6)	30 đến 50	15

Khối lượng bột nêu tại Bảng 4 là điển hình. Khối lượng này phải đủ để tạo ra viên chì 30 g đến 45 g.

Ngoài các thành phần chất nung chảy nêu trong Bảng 4, khối lượng kết hợp của xỉ và chén cupen của quá trình nung chảy sơ bộ có thể vượt quá dung tích các chén thử, hoặc quá trình nung chảy có thể phản ứng mạnh làm cho chất nung chảy sôi sục bọt lên. Trong các trường hợp này cho phép tách cặn thành hai phần bằng nhau và nung riêng trong hai chén. Các viên chì thu được nên cupen riêng, hoặc gộp lại với nhau và cùng cupen.

Cho hỗn hợp này vào chén nghiệm ban đầu.

Thực hiện nung chảy như nêu chi tiết tại 7.5, bỏ chén và xỉ đi.

Tiến hành thử viên chì như nêu chi tiết tại 7.6 để thu được hạt thử cấp và bỏ chén cupen đi.

7.8 Xác định vàng trong các hạt sơ cấp

Thêm 10 ml axit nitric loãng (4.8) vào các hạt sơ cấp trong chén sứ đã chuẩn bị tại 7.6 và gia nhiệt từ từ trên bếp điện (5.13) trong 20 min hoặc cho đến khi phản ứng chấm dứt.

CHÚ THÍCH 1: Điều cốt yếu là không có clorua trong quá trình tách; nếu không thì một số vàng có thể hòa tan.

Khi các hạt được xử lý với axit nitric loãng nóng, thì bạc bắt đầu tan với điều kiện là tỷ lệ giữa bạc và vàng trong hạt lớn hơn 2,5 đến 1. Tốc độ hòa tan tăng lên khi hàm lượng của bạc trong hạt tăng. Tránh sự tấn công nhanh của hạt bằng cách pha loãng thêm và gia nhiệt chậm để ngăn ngừa sự rã ra của vàng. Tỷ lệ giữa bạc và vàng nhỏ hơn 2,5:1, vì cho thấy là không tách được trong axit nitric loãng nóng vì vậy hạt phải được thêm bạc (xem Phụ lục D).

Nếu có nguy cơ bọt vàng vỡ vụn trong quá trình tách, thì khuyến cáo là thực hiện các thao tác với axit sulfuric (xem Phụ lục F).

Rót cẩn thận dung dịch này vào cốc dung tích 200 ml bằng cách gạn để tránh sự hao hụt.

Thêm 15 ml axit nitric loãng ẩm (4.8) vào chén sứ và tiếp tục gia nhiệt nhẹ cho đến khi tách được hoàn toàn. Bước này thực hiện trong khoảng 25 min.

Rót cẩn thận dung dịch này vào cốc dung tích 200 ml bằng cách gạn để tránh hao hụt. Rửa chén và vàng bằng bốn lần nước nóng mỗi lần 15 ml. Gom tất cả các nước rửa vào cùng cốc dung tích 200 ml. Giữ lại dung dịch này để xác định bạc như qui định tại 7.10.

CHÚ THÍCH 2: Có thể xác định khả năng xuất hiện các hạt vàng trong phần gom và trong các dung dịch rửa bằng cách cho bay hơi dung dịch từ từ còn từ 2 ml đến 3 ml, sau đó tiếp tục xác định như qui định tại 7.9.

Làm khô bột vàng trong chén sứ, trên bếp điện.

Cho chén vào lò múp (5.2) để tôi vàng tại nhiệt nóng đỏ trong khoảng 5 min.

Đề nguội và cân mẫu vàng nhỏ tạo thành chính xác đến $1\text{ }\mu\text{g}$ (m_1), tính bằng microgam.

Nếu khối lượng vàng nhỏ hơn $50\text{ }\mu\text{g}$, lặp lại quá trình nung chảy và tách cupen kim loại, sau đó hòa tan hạt đã chuẩn bị và xác định hàm lượng vàng và bạc theo 7.9 không cần thao tác chia tách. Qui trình thay thế này được khuyến cáo có nguy cơ bột vàng vỡ vụn trong quá trình tách. Tuy nhiên, không thể áp dụng qui trình này nếu khối lượng cuối cùng của phần mẫu thử theo hàm lượng bạc, tức là khối lượng trong phần mẫu thử, lớn hơn $7\text{ }500\text{ }\mu\text{g}$.

CHÚ THÍCH 3: Nếu độ nhạy của cân vi lượng là $0,1\text{ }\mu\text{g}$, thì phạm vi áp dụng của phương pháp có thể mở rộng đến $5\text{ }\mu\text{g}$ vàng, trong trường hợp như vậy, cân mẫu vàng chính xác đến $0,1\text{ }\mu\text{g}$ (m_1), tính bằng microgam.

Giữ lại mẫu vàng để xác định bạc trong đó. Hòa tan mẫu này và xác định khối lượng bạc theo 7.9. Có thể kết hợp một số mẫu vàng đã cân của cùng một mẫu phòng thử nghiệm để xác định.

Platin và paladi được loại khỏi mẫu kim loại nhỏ trong quá trình chia tách bằng axit nitric. Nếu thấy cần xác định các nguyên tố này còn lại trong mẫu kim loại, thì xác định theo qui trình nêu tại 7.9, theo đó cho platin và paladi vào các dung dịch chuẩn theo tỷ lệ tương ứng. Đối với AAS hoặc ICP, nếu không thể thu được giới hạn phát hiện đủ trên một mảnh đơn lẻ, thì cần kết hợp nhiều mảnh của cùng một mẫu thử phòng thử nghiệm.

7.9 Xác định vàng và bạc trong các hạt thứ cấp và mẫu trắng, và bạc trong các mẫu kim loại

Đối với các mẫu trắng và mẫu thử được xác định theo qui trình nêu tại đoạn thứ tư cuối cùng của 7.8 không có thao tác tách, thì nên kết hợp các hạt sơ cấp và thứ cấp để xử lý cùng nhau.

Chuyển (các) hạt hoặc (các) mảnh kim loại nhỏ vào ống nghiệm hoặc chén sứ. Cho vào 2 ml axit nitric (4.7) và làm ấm lên trên khối gia nhiệt hoặc bể cát đã đặt tại khoảng $98\text{ }^\circ\text{C}$. Cho vào 6 ml axit clohydric (4.11) và gia nhiệt lại để làm hòa tan vàng. Nếu cần, cho thêm 2 ml axit nitric (4.7). Lấy dung dịch trên, hoặc dung dịch đã chuẩn bị theo Phụ lục C, và gia nhiệt đến gần khô.

Không để dung dịch bay hơi đến khô, nếu không thì sẽ hình thành kim loại vàng.

Lấy ống nghiệm hoặc chén ra khỏi khối gia nhiệt hoặc bể cát và để nguội. Cho 10 ml axit clohydric (4.11) và lắc hoặc xoay để hòa tan các muối. Chuyển định lượng sang bình định mức dung tích 50 ml, thêm 10 ml axit clohydric (4.11), dùng nước làm đầy đến vạch mức, và lắc kỹ.

Tùy thuộc vào hàm lượng bạc (xem Phụ lục K), có thể cần pha loãng sao cho nồng độ bạc trong các dung dịch thử nằm trong phạm vi của các dung dịch đường chuẩn bạc (4.15.1). Có thể cho vào axit clohydric (4.11) sao cho có 40 ml axit có trong 100 ml các dung dịch thử đã pha loãng.

Hút các dung dịch thử và các dung dịch đường chuẩn vàng/bạc (4.15.1) vào máy quang phổ hấp thụ nguyên tử (5.10) và đo độ hấp thụ. Theo hướng dẫn, khuyến cáo các thông số cài đặt về hấp thụ nguyên tử nêu trong Bảng 5, tuy nhiên, cần tối ưu hóa thiết bị để không bị nhiễu và có độ nhạy tối đa và gần sát với mối tương quan tuyến tính giữa độ hấp thụ và nồng độ.

Bảng 5 – Khuyến cáo cài đặt các thông số hấp thụ nguyên tử

Thông số	Vàng	Bạc
Nguồn lửa	Không khí/acetylen (oxy hóa)	
Bước sóng	242,8 nm	328,1 nm
Dòng điện của đèn	4 mA	5 mA
Bộ hiệu chỉnh nền	Bật	Tắt
Tốc độ hút	Tối ưu hóa cho tín hiệu lớn nhất	
Thời gian tích hợp	3 s	
Số lần tích hợp	5	
Độ hấp thụ bằng 5 µg/ml dung dịch đường chuẩn	0,17	0,55

Thực hiện ba lần đo đối với từng dung dịch thử và dung dịch đường chuẩn. Tính giá trị hấp thụ trung bình cho từng dung dịch, tính đến ba chữ số có nghĩa, miễn là dải của các giá trị không vượt quá 0,003 đơn vị hấp thụ. Nếu không đáp ứng yêu cầu này thì phải lặp lại phép đo.

Để làm sạch hệ thống ống phun, nên khuyến cáo là hút dung dịch làm sạch giữa các phép đo, ví dụ, chuẩn bị dung dịch làm sạch bằng cách cẩn thận cho 500 ml axit clohydric (4.11) và 100 ml axit nitric đậm đặc (4.7) vào 400 ml nước.

Vẽ đường chuẩn của độ hấp thụ so với nồng độ và xác định các nồng độ vàng và/hoặc bạc trong các dung dịch thử, tính bằng microgam trên mililit, sau đó tính khối lượng vàng và/hoặc bạc (m_a), tính bằng microgam, sử dụng Phương trình (1):

$$m_a = \rho \times TDF \quad (1)$$

trong đó

ρ là nồng độ khối lượng vàng và/hoặc bạc;

TDF là hệ số pha loãng toàn phần.

Cách khác, có thể sử dụng máy quang phổ phát xạ nguyên tử ICP (5.11) để xác định vàng và bạc tại bước sóng thích hợp. Các bước sóng điển hình là 242,8 nm đối với vàng và 328,1 nm đối với bạc; tuy nhiên, thiết bị này phải được tối ưu hóa để tránh bị nhiễu và có độ nhạy lớn nhất gần sát mối tương quan tuyến tính giữa độ hấp thụ và nồng độ. Để cải thiện độ chụm, khuyến cáo hiệu chỉnh chuẩn nội đồng thời được chấp nhận. Thông thường Ytri được sử dụng làm chất chuẩn nội.

Trong quá trình các phép xác định AAS hoặc ICP, các dung dịch thử và các dung dịch đường chuẩn đều phải có nhiệt độ như nhau, cũng như nồng độ axit cũng phải giống nhau.

7.10 Xác định bạc trong dung dịch tách

CHÚ THÍCH 1: Phép xác định này có thể áp dụng khi tỷ lệ giữa bạc và vàng lớn hơn 2,5:1 và bạc đã tách ra từ vàng như chỉ ra tại 7.8.

CHÚ THÍCH 2: Có thể xác định bạc theo phương pháp khối lượng thay cho qui trình nêu tại điều này. Đối với phương pháp khối lượng, xác định các tạp chất trong các dung dịch tách và nước rửa theo qui trình nêu tại Phụ lục G.

Lấy các dung dịch tách và nước rửa, đã giữ lại tại 7.8. Gia nhiệt cho bay hơi còn xấp xỉ 20 ml, để nguội, sau đó cho vào 2 ml axit nitric (4.8). Chuyển vào bình định mức dung tích 100 ml, dùng nước làm đầy đến vạch mức và lắc đều.

Nếu dung dịch vẫn đục, thì vừa khuấy vừa cho vào từng giọt dung dịch thiourea 1 % (4.12) cho đến khi dung dịch trong. Cho thêm 2 ml, sau đó pha loãng đến vạch mức.

Tùy thuộc vào hàm lượng bạc (xem Phụ lục K), có thể cần pha loãng sao cho nồng độ bạc trong các dung dịch thử nằm trong dải của các dung dịch đường chuẩn bạc (4.15.2). Có thể cho axit nitric (4.7) vào sao cho 10 ml axit có trong 100 ml các dung dịch thử đã pha loãng.

Hút các dung dịch thử và các dung dịch đường chuẩn bạc (4.15.2) vào máy quang phổ hấp thụ nguyên tử (5.10) và đo độ hấp thụ. Theo hướng dẫn, khuyến cáo các thông số cài đặt về hấp thụ nguyên tử nêu trong Bảng 5, tuy nhiên, cần tối ưu hóa thiết bị để không bị nhiễu và có độ nhạy tối đa và gần sát với mối tương quan tuyến tính giữa độ hấp thụ và nồng độ.

Thực hiện ba lần đo đối với từng dung dịch thử và dung dịch đường chuẩn. Tính giá trị hấp thụ trung bình cho từng dung dịch, tính đến ba chữ số có nghĩa, miễn là dải các giá trị không vượt quá 0,003 đơn vị hấp thụ. Nếu không đáp ứng yêu cầu này thì phải lặp lại phép đo.

Vẽ đường chuẩn của độ hấp thụ so với nồng độ và xác định các nồng độ bạc trong các dung dịch thử, tính bằng microgam trên mililit, sau đó tính khối lượng bạc (m_a), tính bằng microgam, theo Phương trình (1).

Cách khác, có thể sử dụng máy quang phổ phát xạ nguyên tử ICP (5.11) để xác định bạc tại bước sóng thích hợp. Bước sóng điển hình là 328,1 nm; tuy nhiên, thiết bị này phải được tối ưu hóa để tránh bị cản trở và có độ nhạy cực đại gần sát mối tương quan tuyến tính giữa độ hấp thụ và nồng

độ. Để cải thiện độ chụm, khuyến cáo nhận hiệu chỉnh chuẩn nội đồng thời được chấp nhận. Thông thường sử dụng Ytri làm chất chuẩn nội.

Trong quá trình các phép xác định AAS hoặc ICP, các dung dịch thử và các dung dịch đường chuẩn đều phải có nhiệt độ như nhau, cũng như nồng độ axit cũng phải giống nhau.

8 Biểu thị kết quả

8.1 Hàm lượng của vàng

Hàm lượng vàng của phần mẫu thử, w_{Au} biểu thị bằng gam trên tấn, được tính theo Phương trình (2):

$$w_{Au} = \frac{m_1 + m_2 - (m_B + m_{BR}) - m_5 + m_W}{m} \times \frac{100}{100 - H} \quad (2)$$

trong đó

- m_1 là khối lượng vàng thu được trong hạt sơ cấp (như cân được hoặc xác định theo AAS), tính bằng microgam;
- m_2 là khối lượng vàng trong hạt thứ cấp, tính bằng microgam;
- $m_B + m_{BR}$ là khối lượng vàng trong hạt sơ cấp mẫu trắng kết hợp với khối lượng vàng trong hạt thứ cấp mẫu trắng, tính bằng microgam;
- m_5 là khối lượng bạc còn lại trong mẫu quặng (trong trường hợp sử dụng AAS để nhận được $m_1, m_5 = 0$), tính bằng microgam;
- m_W là khối lượng vàng trong các dung dịch tách và rửa, tính bằng microgam;
- m là khối lượng của phần mẫu thử, tính bằng gam;
- H là hàm lượng ẩm của phần mẫu thử, tính bằng phần trăm (trong trường hợp sử dụng mẫu đã sấy sơ bộ thì $H = 0$).

8.2 Hàm lượng của bạc

Nếu bạc được xác định theo qui trình qui định tại 7.10, thì hàm lượng bạc của phần mẫu thử, (w_{Ag}) biểu thị bằng gam trên tấn, được tính theo Phương trình (3):

$$w_{Ag} = \frac{m_3 + m_4 - (m_B + m_{BR}) + m_5}{m} \times \frac{100}{100 - H} \quad (3)$$

trong đó

- m_3 là khối lượng bạc trong các dung dịch tách và rửa, tính bằng microgam;
- m_4 là khối lượng bạc trong cặn thu hồi, tính bằng microgam;

- $m_B + m_{BR}$ là khối lượng bạc trong hạt sơ cấp mẫu trắng kết hợp với khối lượng bạc trong phép xác định mẫu trắng của cận thu hồi, tính bằng microgam;
- m_5 là khối lượng bạc còn lại trong mẫu quặng, tính bằng microgam;
- m là khối lượng của phần mẫu thử, tính bằng gam;
- H là hàm lượng ẩm của phần mẫu thử, (trong trường hợp sử dụng mẫu đã sấy sơ bộ thì $H = 0$), tính bằng phần trăm.

Nếu không đạt được sự thu hồi bạc hoàn toàn trong quá trình tách bằng cupen, thì hiệu chỉnh hàm lượng bạc của phần mẫu thử (xem Phụ lục E).

Nếu xác định bạc theo phương pháp khối lượng thay cho qui trình nêu tại 7.10, thì hàm lượng bạc của phần mẫu thử, (w_{Ag}) biểu thị bằng gam trên tấn, được tính theo Phương trình (4):

$$w_{Ag} = \frac{m_0 - m_1 + m_4 - (m_B + m_{BR}) + m_5 - m_{imp}}{m} \times \frac{100}{100 - H} \quad (4)$$

trong đó

- m_0 là khối lượng của hạt sơ cấp, tính bằng microgam;
- m_1 là khối lượng vàng thu được trong hạt sơ cấp (theo khối lượng hoặc xác định theo AAS), tính bằng microgam;
- m_4 là khối lượng bạc trong cận thu hồi, tính bằng microgam;
- $m_B + m_{BR}$ là khối lượng bạc trong hạt sơ cấp mẫu trắng kết hợp với khối lượng bạc trong phép xác định mẫu trắng của cận thu hồi, tính bằng microgam;
- m_5 là khối lượng bạc còn lại trong mẫu quặng, tính bằng microgam;
- m_{imp} là tổng khối lượng của các tạp chất trong các dung dịch tách và rửa nhận được theo qui trình nêu tại Phụ lục G, tính bằng microgam;
- m là khối lượng của phần mẫu thử, tính bằng gam;
- H là hàm lượng ẩm của phần mẫu thử, (trong trường hợp sử dụng mẫu đã sấy sơ bộ thì $H = 0$), tính bằng phần trăm.

Nếu không đạt được sự thu hồi bạc hoàn toàn trong quá trình tách bằng cupen, thì hiệu chỉnh hàm lượng bạc của phần mẫu thử (xem Phụ lục E).

9 Độ chum

9.1 Biểu thị độ chum

Độ chum của phép phân tích này được biểu thị bằng các Phương trình sau:

Tinh quặng kẽm

Vàng

$$S_r = 0,0225\overline{X} + 0,0325 \quad (5)$$

$$S_L = 0,0504\overline{X} + 0,0571 \quad (6)$$

Bạc

$$S_r = 0,0091\overline{X} + 2,0575 \quad (7)$$

$$S_L = 0,0166\overline{X} + 5,7750 \quad (8)$$

Tinh quặng chì

Vàng

$$S_r = 0,0309\overline{X} + 0,0336 \quad (9)$$

$$S_L = 0,0582\overline{X} + 0,0553 \quad (10)$$

Bạc

$$S_r = 0,0032\overline{X} + 5,8438 \quad (11)$$

$$S_L = 0,0032\overline{X} + 16,9747 \quad (12)$$

Tinh quặng đồng

Vàng

$$S_r = 0,0044\overline{X} + 0,2422 \quad (13)$$

$$S_L = 0,0084\overline{X} + 0,2651 \quad (14)$$

Bạc

$$S_r = 0,0075\overline{X} + 0,9688 \quad (15)$$

$$S_L = 0,0109\overline{X} + 2,1558 \quad (16)$$

trong đó

$\overline{X}$ là trung bình của hàm lượng vàng hoặc bạc trong mẫu thử, tính bằng gam trên tấn;

S_r là độ lệch chuẩn trong nội bộ phòng thí nghiệm, tính bằng gam vàng hoặc bạc trên tấn;

S_L là độ lệch chuẩn giữa các phòng thử nghiệm, tính bằng gam vàng hoặc bạc trên tấn.

9.2 Phương pháp tính kết quả cuối cùng (xem Phụ lục H)

Tính các đại lượng sau từ các kết quả xác định hai lần lặp lại X_1 và X_2 và tiến hành theo lưu đồ nêu tại

Phụ lục H:

Trung bình của các kết quả hai lần lặp lại: $\overline{X} = (X_1 + X_2)/2$ (17)

Độ lệch chuẩn nội bộ một phòng thử nghiệm:

Tính quặng kẽm

Xác định vàng

$$S_r = 0,0225\overline{X} + 0,0325 \quad (18)$$

Xác định bạc

$$S_r = 0,0091\overline{X} + 2,0575 \quad (19)$$

Tính quặng chì

Xác định vàng

$$S_r = 0,0309\overline{X} + 0,0336 \quad (20)$$

Xác định bạc

$$S_r = 0,0032\overline{X} + 5,8438 \quad (21)$$

Tính quặng đồng

Xác định vàng

$$S_r = 0,0044\overline{X} + 0,2422 \quad (22)$$

Xác định bạc

$$S_r = 0,0075\overline{X} + 0,9688 \quad (23)$$

Giới hạn độ lặp lại

$$e = 2,8S_r \quad (24)$$

9.3 Độ chụm giữa các phòng thử nghiệm

Sử dụng độ chụm giữa các phòng thử nghiệm để xác định sự nhất quán giữa các kết quả do hai (hoặc nhiều) phòng thử nghiệm đã báo cáo. Giả sử là tất cả các phòng thử nghiệm này đều áp dụng theo cùng một qui trình.

Tính các đại lượng sau:

Trung bình của các kết quả cuối cùng: $\mu_{1,2} = (\mu_1 + \mu_2)/2 \quad (25)$

Độ lệch chuẩn giữa các phòng thử nghiệm:

Tính quặng kẽm

Xác định vàng

$$S_L = 0,050 \ 4 \ \mu_{1,2} + 0,057 \ 1 \quad (26)$$