

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 9910:2013**

**ĐẤT, ĐÁ, QUẶNG NHÓM SILICAT - XÁC ĐỊNH HÀM  
LƯỢNG SẮT TỔNG - PHƯƠNG PHÁP ĐO QUANG**

*Soils, rocks and ores of silicate group -  
Determination of total iron content by photometric method*

**HÀ NỘI - 2013**

## **Lời nói đầu**

TCVN 9910: 2013 do Tổng Cục Địa chất và Khoáng sản biên soạn, được Tổng Cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng thẩm định, Bộ tài nguyên và Môi trường đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

## Đất, đá, quặng nhóm silicat -

### Xác định hàm lượng sắt tổng - Phương pháp đo quang

*Soils, rocks and ores of silicate group - Determination of total iron content by photometric method*

#### 1. Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp đo quang xác định hàm lượng sắt tổng (<1 %) trong đất, đá, quặng có silicat trong công tác điều tra cơ bản địa chất về khoáng sản, thăm dò khoáng sản.

#### 2. Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau là cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu 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 4851 (ISO 3696), *Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử*

TCVN 7151 (ISO 648), *Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh – Pipet một mức*

TCVN 7153 (ISO 1042), *Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh – Bình định mức*

TCVN 9924:2013, *Đất, đá, quặng – Quy trình gia công mẫu sử dụng cho các phương pháp phân tích hóa học, hóa lý, rơnghen, nhiệt.*

#### 3. Nguyên tắc của phương pháp

Mẫu đem phân tích phải có cỡ hạt không lớn hơn 0,075 mm và được sấy khô đến khối lượng không đổi ở nhiệt độ 105 °C đến 110 °C.

Tổng hàm lượng sắt có trong mẫu được xác định bằng phương pháp đo quang phức màu vàng của sắt (III) với axit sunfosalixilic trong môi trường kiềm. Sắt (III) có trong mẫu được chuẩn bị từ mẫu đã được phân hủy thành dung dịch bằng cách nung chảy với natri cacbonat hoặc kali hidroxit và đã loại (ác) silic.

#### 4. Hóa chất, thuốc thử

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

## **TCVN 9910:2013**

**4.1 Axit clohidric**,  $d=1,19$ , các dung dịch (1+1) và 2 %.

**4.2 Axit sunfuric**,  $d = 1,84$ . dung dịch (1+1).

**4.3 Axit flohidric**, 40 %.

**4.4 Gelatin**, dung dịch 1 % mới pha. Hòa tan 1 gam gelatin trong 100 ml nước khi đun nóng đến 70°C.

**4.5 Natri cacbonat khan**.

**4.6 Kali hidroxit**.

**4.7 Kali pyrosunfat**.

**4.8 Amoni hidroxit 25 %**, dung dịch (1 + 1).

**4.9 Axit sulfosalixilic**, dung dịch 10 %.

**4.10 Dung dịch chuẩn sắt**, có độ chuẩn 0,100 mg/ml (theo Fe) hoặc 0,143 mg/ml (theo  $Fe_2O_3$ ). Hoà tan 8,634 gam phen sắt (III) amoni sunfat  $FeNH_4(SO_4)_2 \cdot 2H_2O$  trong nước có 10 ml axit sunfuric  $d=1,84$ , nếu cần thì đun nóng. Pha loãng bằng nước trong bình định mức 1 lít, lắc đều. Kiểm tra độ chuẩn của dung dịch theo kết quả xác định mẫu tiêu chuẩn thành phần.

## **5. Thiết bị, dụng cụ**

Các thiết bị, dụng cụ phòng thử nghiệm thông thường, bao gồm pipet một mức, bình định mức phù hợp với các quy định trong TCVN 7151 (ISO 648) và TCVN 7153 (ISO 1042), (trừ khi có quy định khác), và các thiết bị, dụng cụ sau.

**5.1 Cân phân tích**, có độ chính xác  $2 \cdot 10^{-4}$  g.

**5.2 Lò nung**, có điều khiển nhiệt độ 1000 °C

**5.3 Chén bạch kim**, có dung tích 30 ml.

**5.4 Chén niken**, có dung tích 30 + 50 ml.

**5.5 Cốc thủy tinh chịu nhiệt**, có dung tích 250 ml.

**5.6 Bình hút ẩm**,  $\Phi$  25 cm.

**5.7 Bình định mức**, có dung tích 250 ml.

**5.8 Máy đo quang 320 R-constant** hoặc máy có tính năng kỹ thuật tương đương.

**5.9 Bình định mức**, có dung tích 50 ml.

**5.10 Pipet chia vạch** có dung tích 5ml; 10 ml.

## **6. Chuẩn bị mẫu thử**

Chuẩn bị và gia công mẫu thử theo TCVN 9924:2013, Đất, đá, quặng – Quy trình gia công mẫu sử dụng cho các phương pháp phân tích hóa học, hóa lý, rơnghen, nhiệt

## **7. Cách tiến hành**

**7.1. Phân hủy mẫu và tách silic:**

**7.1.1. Phân hủy bằng cách nung chảy với natri cacbonat**

Cân 0.5000 gam mẫu, trộn đều với 3 gam natri cacbonat trong chén bạch kim, phủ lên trên mẫu một lớp natri cacbonat nữa. Tiến hành nung chảy trong lò từ nhiệt độ thấp đến khoảng  $900 + 980^{\circ}\text{C}$  và giữ ở nhiệt độ này trong  $20 + 25$  phút. Khi mẫu chảy thành một khối linh động đồng nhất, lấy chén ra khỏi lò. Rửa thành ngoài và đáy chén bằng nước. Đặt chén vào cốc chịu nhiệt 250 ml, cẩn thận rót vào cốc  $30 + 35$  ml dung dịch axit clohidric (1+1) để lấy khối chảy ra khỏi chén. Rửa sạch chén bằng axit clohidric (1+1), sau đó bằng nước.

#### 7.1.2. Phân hủy bằng cách nung chảy với kali hidroxit

Cân 0.5000 gam mẫu cho vào chén niken đã có sẵn  $4 + 5$  gam kali hidroxit đã làm mất nước trên bếp điện hoặc trong lò nung ở nhiệt độ  $200 + 300^{\circ}\text{C}$ . Tiến hành nung chảy trong lò từ nhiệt độ thấp đến khoảng  $600 + 650^{\circ}\text{C}$  và giữ ở nhiệt độ này trong  $10 + 15$  phút.

Khi mẫu chảy thành một khối linh động đồng nhất, lấy chén ra khỏi lò. Rửa thành ngoài và đáy chén bằng dung dịch axit clohidric 2%. Đặt chén vào cốc chịu nhiệt 250 ml, cẩn thận rót vào cốc  $30 + 50$  ml nước nóng để lấy khối chảy ra khỏi chén. Rửa sạch chén bằng axit clohidric (1+1), sau đó bằng nước nóng. Hòa tan khối chảy bằng  $20 + 25$  ml axit clohidric  $d=1,19$ .

#### 7.1.3. Tách axit silicic và xác định silic dioxit

Dung dịch thu được bằng một trong hai cách phân hủy mẫu ở trên đem đun nóng và làm bay hơi trên bếp cách thủy hoặc cách cát. Thành thạo dùng đũa thủy tinh khuấy dung dịch và làm tơi kết tủa. Cho dung dịch đến dạng muối ẩm. Sau đó thêm 10 ml dung dịch axit clohidric  $d=1,19$ . Tia nước rửa thành cốc rồi đun nóng để hòa tan muối. Cho 10 ml dung dịch gelatin 1%, khuấy kỹ dung dịch khoảng 2 phút đến 3 phút. Thêm 30 ml nước nóng. Để yên trên bếp cách thủy 10 phút.

Lọc dung dịch vào bình định mức 250 ml qua giấy lọc băng xanh ( $\Phi$  11 cm). Rửa kết tủa  $3 + 4$  lần bằng axit clohidric 2% và sau đó rửa  $8 + 10$  lần bằng nước nóng đến sạch ion  $\text{Cl}^-$  (thử bằng dung dịch bạc nitrat).

Chuyển kết tủa vào chén bạch kim đã được nung trước ở  $900^{\circ}\text{C}$  đến khối lượng không đổi. Tro hoá giấy lọc và nung kết tủa ở  $950^{\circ}\text{C}$  trong  $1,5 + 2$  giờ. Lấy chén ra để nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng và đem cân. Nếu cần, tiếp tục nung đến khi khối lượng cân được không thay đổi. Cho vào kết tủa vài giọt axit sunfuric (1+1),  $5 + 6$  ml axit flohidric 40%. Đun nóng đến thoát khí anhidrit sunfurơ và bốc khô.

Phần bã còn lại trong chén sau khi xử lý với axit flohidric ở trên đem nung ở  $950^{\circ}\text{C}$  trong 10 phút. Lấy ra, để nguội trong bình hút ẩm rồi cân lại khối lượng.

Hiệu số khối lượng trước và sau khi xử lý bằng axit là lượng silic dioxit.

Bã trong chén sau khi cân đem nung chảy với 1 gam kali pyrosuntat ở nhiệt độ  $400 + 450^{\circ}\text{C}$  trong 10 phút. Hòa tan khối chảy bằng nước nóng để axit hoá bằng vài giọt axit clohidric. Dung dịch thu được đem nhập với phần nước lọc tách silic trong bình định mức 250 ml ở trên. Định mức đến vạch bằng nước. Lắc đều dung dịch (dung dịch I) Dung dịch này dùng để xác định các nguyên tố tiếp theo (nhôm, sắt, titan, canxi, magie v.v.).

**7.2. Xác định sắt:**

Lấy chính xác 5 + 10 ml dung dịch I cho vào bình định mức 50 ml. Thêm nước đến thể tích 25 ml. Sau đó thêm 10 ml dung dịch axit sunfosalicic 10 %, trung hoà bằng dung dịch amoniac 25 % đến khi dung dịch chuyển sang màu vàng, cho dư 2 ml nữa. Định mức đến vạch bằng nước, lắc đều. Sau 15 phút đo mật độ quang của phức màu tại bước sóng 430 nm với cuvet có chiều dày lớp hấp thụ 10 + 30 mm (tuỳ theo hàm lượng sắt).

Xây dựng đồ thị chuẩn:

Lập một dãy chuẩn với những thể tích dung dịch chuẩn của sắt theo thứ tự: 0,0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 ml trong các bình định mức 50 ml. Thêm tất cả các thuốc thử và tiếp tục tiến hành như khi phân tích mẫu.

**8. Tính kết quả**

**8.1 Tính hàm lượng sắt (III) oxit tổng số**

Hàm lượng sắt (III) oxit tổng số được tính theo công thức:

$$\%Fe_2O_3(ts) = \frac{a \cdot V_{dm} \cdot V_{dm2}}{1000 \cdot V_h \cdot G} \cdot 100$$

trong đó:

a: Lượng sắt (III) oxit tìm được theo đồ thị chuẩn ứng với mật độ quang đo được, mg.

V<sub>h</sub>: Thể tích dung dịch mẫu lấy để phân tích, ml;

V<sub>dm</sub>: Thể tích định mức dung dịch mẫu, ml;

G: Khối lượng phần mẫu thử (g).

**8.2. Sai số phân tích**

Sai lệch lớn nhất giữa hai kết quả xác định song song hoặc đối song không vượt quá giá trị Δ trong bảng sau:

Số TT	Dải hàm lượng (% Fe <sub>2</sub> O <sub>3(ts)</sub> )	Sai lệch tuyệt đối (%)
1	0,005 + <0,010	0,003
2	0,010 + <0,020	0,008
3	0,020 + <0,050	0,010
4	0,050 + <0,100	0,020
5	0,100 + <0,200	0,030
6	0,200 + <0,500	0,040
7	0,500 + 1,00	0,050

## 9 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm bao gồm các thông tin sau:

- a) Viện dẫn tiêu chuẩn này;
- b) Nhận dạng mẫu thử;
- c) Tên và địa chỉ phòng thử nghiệm;
- d) Ngày tiến hành thử nghiệm;
- e) Ngày báo cáo kết quả thử;
- f) Bất kỳ các đặc điểm đã ghi nhận trong quá trình xác định, các thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này có thể ảnh hưởng đến kết quả của mẫu thử.

**Thư mục tài liệu tham khảo**

Tiêu chuẩn ngành – Phương pháp trắc quang xác định hàm lượng sắt tổng số trong mẫu silicat (T.C.N.01-VI PTH/94).

---