

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 9917:2013**

**ĐẤT, ĐÁ, QUẶNG NHÓM SILICAT - XÁC ĐỊNH HÀM  
LƯỢNG CÁC NGUYÊN TỐ KALI, NATRI, LITI, RUBIDI, CESI  
- PHƯƠNG PHÁP QUANG PHỔ HẤP THỤ NGUYÊN TỬ**

*Soils, rocks and ores of silicate group -  
Determination of potassium, lithium, rubidium, cesium by atomic -  
Absorption spectroscopy method*

**HÀ NỘI - 2013**

## **Lời nói đầu**

TCVN 9917: 2013 do Tổng Cục Địa chất và Khoáng sản biên soạn, Bộ Tài nguyên và Môi trường đề nghị Tổng Cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

## **Đất, đá, quặng nhóm silicat –**

### **Xác định hàm lượng các nguyên tố Natri, Kali, Liti, Rubidi, Cesi -**

#### **Phương pháp quang phổ HTNT.**

*Soils, rocks and ores of silicate group – Determination of potassium, sodium, lithium, rubidium, cesium by Atomic Absorption Spectroscopy method*

#### **1. Phạm vi áp dụng**

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp phân tích quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa xác định các nguyên tố natri, kali, liti, rubidi và cesi có hàm lượng từ  $1.10^{-4}$  đến 10% trong các đá silicat, phục vụ cho 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, ronghen, nhiệt*

#### **3. Nguyên tắc**

Mẫu sau khi phân huỷ thành dung dịch bằng hỗn hợp axit flohidric axit sunfuric và axit nitric được phun vào ngọn lửa axetylen-không khí. Lần lượt đo cường độ vạch phổ hấp thụ của các nguyên tử tự do của từng nguyên tố ở trạng thái hơi để từ đó tính ra hàm lượng nguyên tố theo phương pháp đồ thị chuẩn.

#### 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).

4.1 Axit flohidric,  $d = 1,14$ .

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

4.3 Axit nitric,  $d = 1,40$ .

4.4 Natri clorua.

4.5 Kali clorua.

4.6 Liti sunfat.

4.7 Amoni rubidi clorua.

4.8 Cesi clorua.

4.9. Dung dịch tiêu chuẩn gốc các nguyên tố natri, kali, liti, rubidi, cesi sử dụng các dung dịch chuẩn quang phổ có độ chuẩn 1000 mg/l (1000 ppm) của từng nguyên tố có bán sẵn trên thị trường hoặc điều chế từ các muối như sau:

- **Dung dịch tiêu chuẩn natri độ chuẩn 1000 mg/l:** Hoà tan 2,5420 g natri clorua khan (NaCl) trong nước. Pha loãng đến thể tích 1 lít trong bình định mức, lắc kỹ. Bảo quản dung dịch trong bình polietylen.

- **Dung dịch tiêu chuẩn kali độ chuẩn 1000 mg/l:** Hoà tan 1,9070 g kali clorua khan (KCl) trong nước. Pha loãng đến thể tích 1 lít trong bình định mức, lắc kỹ. Bảo quản dung dịch trong bình polietylen.

- **Dung dịch tiêu chuẩn liti độ chuẩn 1000 mg/l:** Hoà tan 9,2180 g liti sunfat ( $\text{Li}_2\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) trong 100 ml nước. (Hoặc hoà tan 5,3240 g liti cacbonat  $\text{Li}_2\text{CO}_3$  trong 25 ml axit clohidric 2M). Pha loãng đến thể tích 1 lít trong bình định mức, lắc kỹ. Bảo quản dung dịch trong bình polietylen.

- **Dung dịch tiêu chuẩn rubidi độ chuẩn 1000 mg/l.** Hoà tan 1,4148 g rubidi clorua khan (RbCl) trong 200 ml nước. Pha loãng đến thể tích 1 lít trong bình định mức, lắc kỹ. Bảo quản dung dịch trong bình polietylen.

- **Dung dịch tiêu chuẩn cesi độ chuẩn 1000 mg/l.** Hoà tan 1,2570 g cesi clorua khan (CsCl) trong 100 ml nước. Pha loãng đến thể tích 1 lít trong bình định mức, lắc kỹ. Bảo quản dung dịch trong bình polietylen.

1. Dung dịch tiêu chuẩn làm việc:

Từ các dung dịch tiêu chuẩn gốc, chuẩn bị các dung dịch tiêu chuẩn làm việc như sau:

- **Dung dịch A có độ chuẩn 100  $\mu\text{g/ml}$  (100 ppm):** Lấy chính xác 10 ml dung dịch tiêu chuẩn gốc cho vào bình định mức 100 ml, pha loãng bằng nước cất đến vạch, lắc kỹ.

- **Dung dịch B có độ chuẩn 10  $\mu\text{g/ml}$  (10 ppm):** Lấy chính xác 10ml dung dịch tiêu chuẩn A cho vào bình định mức 100 ml, pha loãng bằng nước cất đến vạch, lắc kỹ.

**Dung dịch C có độ chuẩn. 1  $\mu\text{g/ml}$  (1 ppm):** Lấy chính xác 10 ml dung dịch tiêu chuẩn B cho vào bình định mức 100 ml, pha loãng bằng nước cất đến vạch, lắc kỹ.

## 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 Máy quang phổ hấp thụ nguyên tử.

Bộ phận chính của thiết bị:

- Có phần mềm điều khiển thiết bị;
- Khe đo có thể điều chỉnh độ rộng đến 0,1 nm;
- Khoảng bước sóng : 185 đến 900nm;
- Điều chỉnh nền đèn D2;
- Đèn cathode rỗng của nguyên tố phân tích;
- Hệ thống ngọn lửa; đầu đốt;
- Hệ thống cung cấp khí đốt;

Và các hệ thống phụ kiện cần thiết khác cho thiết bị hoạt động

### 5.2 Máy nén không khí.

### 5.3 Bình khí nén axetylen $\geq 98,5\%$ .

### 5.4 Đèn catot rỗng natri, kali, liti, rubidi, cesi.

### 5.5 Cân phân tích, độ chính xác $2 \cdot 10^{-4}$ g.

### 5.6 Chén teflon, có dung tích 30 ml.

### 5.7 Pipet chia độ, có dung tích 1, 2, 5 ml.

### 5.8 Bình định mức, có dung tích 50, 100 và 1000 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

Cân 0,1000 – 0,5000 gam mẫu (tùy theo hàm lượng các nguyên tố dự đoán có trong mẫu) cho vào chén teflon. Thấm ướt mẫu bằng một ít nước. Sau đó thêm từ từ 10-15 ml axit flohidric  $d=1,14$ ; 2 ml axit sunfuric (1+1). Đun trên bếp điện đến thoát khí  $SO_3$  dày đặc. Để nguội, thêm 1-2 ml axit nitric  $d=1,40$ . Tiếp tục đun. Nếu thấy cặn đen, tiếp tục thêm vài giọt axit nitric rồi đun tiếp đến cặn khô.

Hoà tan cặn bằng 10-15 ml nước, đun nóng chuyển toàn bộ dung dịch và cặn không tan vào bình định mức 50 ml hoặc 100 ml. Rửa sạch chén bằng nước và định mức đến vạch bằng nước cất. Lắc đều dung dịch. Lọc dung dịch qua giấy lọc băng xanh hoặc để lắng rồi đem đo phổ hấp thụ nguyên tử. Tiến hành làm đồng thời mẫu trắng (mẫu không quặng).

## 7.2. Chuẩn bị dãy dung dịch chuẩn

Dãy dung dịch chuẩn của các nguyên tố có nồng độ theo thứ tự sau: 0,1; 0,2; 0,5; 0,8; 1,0 µg/ml.

Lần lượt lấy chính xác một thể tích dung dịch B theo chỉ dẫn ở *bảng 1* cho vào bình định mức 50 ml.

Định mức đến vạch bằng nước, lắc đều.

Có thể mở rộng phạm vi nồng độ của dãy dung dịch chuẩn căn cứ theo hướng dẫn trong *bảng 2* (mục "Khoảng nồng độ tuân theo định luật Lambe-Bia").

**Bảng 1.** Chuẩn bị dãy dung dịch chuẩn.

Số TT	Thể tích dung dịch B (ml)	Thể tích nước (ml)	Nồng độ nguyên tố (µg/ml)
1	0,5	Đến 50	0,1
2	1,0	- 50	0,2
3	2,5	- 50	0,5
4	4,0	- 50	0,8
5	5,0	- 50	1,0
6	0,0	- 50	0,0

## 7.3. Tiến hành phân tích

Tiến hành đo phổ hấp thụ nguyên tử của các nguyên tố ở điều kiện phù hợp: bước sóng, khe sáng, chiều cao ngọn lửa, cường độ dòng đèn catot, lưu lượng axetylen, lưu lượng không khí, góc nghiêng của đèn nguyên tử hóa, khoảng nồng độ tuyến tính ... được khảo sát ở điều kiện tối ưu trước khi tiến hành đo.

## 8. Biểu thị kết quả

## 8.1. Tính hàm lượng nguyên tố

Công thức tính hàm lượng nguyên tố theo phương pháp điểm chuẩn:

$$\%X = C_{t/c} \frac{D_x \cdot V_{dm} \cdot K}{D_{t/c} \cdot G} 10^{-4}$$

trong đó:

$C_{t/c}$ : - Nồng độ nguyên tố phân tích trong dung dịch chuẩn, µg/ml.

$D_{t/c}$ : - Mật độ quang của dung dịch chuẩn.

$D_x$ : - Mật độ quang của dung dịch phân tích.

$V_{dm}$ : - Thể tích định mức dung dịch mẫu, ml.

$K$ : - Hệ số pha loãng dung dịch mẫu.

$G$ : - Lượng cân mẫu phân tích, g.

Hệ số tính chuyển hàm lượng từ nguyên tố ra oxit:

Na → Na<sub>2</sub>O      k = 1,347

K → K<sub>2</sub>O      k = 1,205

Li → Li<sub>2</sub>O      k = 2,152Rb → Rb<sub>2</sub>O      k = 1,093Cs → Cs<sub>2</sub>O      k = 1,060

## 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  $\Delta$  trong bảng 3 sau:

**Bảng 3.** Sai số cho phép của phương pháp đối với các nguyên tố: Me<sub>2</sub>O

Số TT	Cấp hàm lượng (% Me <sub>2</sub> O)	Sai lệch tuyệt đối (%) ( $\Delta$ )
1	0,0002 – 0,0005	0,0002
2	0,0005-0,0010	0,0004
3	0,0010-0,0020	0,0006
4	0,0020 – 0,0050	0,0010
5	0,0050-0,0100	0,0020
6	0,010-0,020	0,005
7	0,020 – 0,050	0,010
8	0,050-0,100	0,015
9	0,10-0,20	0,020
10	0,20-0,50	0,03
11	0,50-1,00	0,05
12	1,0 -2,0	0,07
13	2,0-5,0	0,15
14	5,0 -10,0	0,2

## 9 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm bao gồm các thông tin sau:

- Viện dẫn tiêu chuẩn này;
- Nhận dạng mẫu thử;
- Tên và địa chỉ phòng thử nghiệm;
- Ngày tiến hành thử nghiệm;
- Ngày báo cáo kết quả thử;
- 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

(T.C.N. 02- IHTNT/94) Phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử xác định hàm lượng các nguyên tố natri, kali, lit, rubidi, cesi.

---