

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 13596-1:2022**

Xuất bản lần 1

**ĐẤT ĐÁ QUẶNG CHÌ KẼM –  
PHẦN 1: XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG SILIC DIOXIT BẰNG  
PHƯƠNG PHÁP TRỌNG LƯỢNG**

*Soils, rocks, ore containing lead zinc –  
Part 1: Determination of silicon dioxide content by gravimetric method*

**HÀ NỘI 2022**

## Lời nói đầu

TCVN 13596-1:2022 do Trung tâm Phân tích thí nghiệm địa chất - Tổng Cục Địa chất và Khoáng sản Việt Nam 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.

## Lời giới thiệu

Bộ TCVN 13596 Đất đá quặng chì kèm gồm các phần sau:

- 1 TCVN 13596-1:2022 Phần 1: Xác định hàm lượng silic dioxit bằng phương pháp trọng lượng.
- 2 TCVN 13596-2:2022 Phần 2: Xác định hàm lượng chì, kẽm bằng phương pháp chuẩn độ.
- 3 TCVN 13596-3:2022 Phần 3: Xác định hàm lượng bạc, bismuth, cadimi, chì, kẽm bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa.
- 4 TCVN 13596-4:2022 Phần 4: Xác định hàm lượng lưu huỳnh bằng phương pháp trọng lượng.
- 5 TCVN 13596-5:2022 Phần 5: Xác định hàm lượng sắt tổng số bằng phương pháp quang phổ hấp thụ phân tử
- 6 TCVN13596-6:2022 Phần 6: Xác định hàm lượng asen bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa.

## **Đất đá quặng chì kẽm – Phần 1: Xác định hàm lượng silic dioxit bằng phương pháp trọng lượng**

*Soils, rocks, ore containing lead zinc - Part 1: Determination of silicon dioxide content by gravimetric method*

### **1 Phạm vi áp dụng**

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp trọng lượng để xác định hàm lượng silic dioxit ( $\text{SiO}_2$ ) từ 1 % (theo khối lượng) đến 40 % (theo khối lượng) trong các loại mẫu đất đá quặng chì kẽm.

### **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 4851:1989 (ISO 3696:1987), *Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử*

TCVN 7151:2010 (ISO 648:2008), *Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh – Pipet một mức*

TCVN 7153:2002 (ISO 1042:1998), *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, rơnghe, nhiệt.*

### **3 Nguyên tắc**

Phương pháp dựa trên việc tách kết tủa axit silixic trong môi trường axit clohydric có mặt gelatin làm chất đông tụ keo. Kết tủa axit silixic được nung ở nhiệt độ 950 °C – 1000 °C đến khối lượng không đổi và sau đó hòa tan chất rắn sau nung bằng axit sunfuric và axit flohydric để tách  $\text{SiO}_2$  tinh khiết ra khỏi các tạp chất.

### **4 Hóa chất, thuốc thử**

Trong quá trình phân tích, chỉ sử dụng hóa chất thuốc thử loại tinh khiết phân tích và nước phù hợp với loại 2 của TCVN 4851:1989 (ISO 3696:1987).

## TCVN 13596-1:2022

### 4.1 Kali hidroxit KOH dạng hạt

4.2 Axit clohydric HCl ( $d=1,19$ ), dung dịch HCl 2 % (v/v); dung dịch HCl (1+1) (v/v); dung dịch HCl (1+20) (v/v).

### 4.3 Gelatin dung dịch 1 % được pha dùng trong ngày làm việc

Dùng cân kỹ thuật cân 1 g gelatin ngâm trong 100 ml nước nóng ( $60\text{ }^{\circ}\text{C} - 70\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) khoảng 30 min, khuấy kỹ cho tan hết.

4.4 Axit sunfuric  $\text{H}_2\text{SO}_4$  ( $d=1,84$ ); dung dịch  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (1+1) (v/v).

4.5 Axit flohydric HF 40 %.

4.6 Bạc nitrat  $\text{AgNO}_3$  1 %.

Dùng cân kỹ thuật cân 1 g bạc nitrat  $\text{AgNO}_3$  tinh thể vào cốc thủy tinh dung tích 100 ml, định mức bằng nước cất đến vạch, lắc kỹ. Bảo quản dung dịch trong lọ thủy tinh tối màu, có nút kín.

## 5 Thiết bị, dụng cụ

Trong tiêu chuẩn này sử dụng các thiết bị, dụng cụ thông thường trong phòng thử nghiệm và các thiết bị, dụng cụ sau:

5.1 Cân phân tích, độ chính xác  $1 \cdot 10^{-4}$  g.

5.2 Cân kỹ thuật, độ chính xác  $1 \cdot 10^{-2}$  g.

5.3 Lò nung, có khả năng điều khiển nhiệt độ đến  $1000\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$

5.4 Chén bạch kim, có dung tích 30 ml.

5.5 Chén niken, có dung tích 30 ml - 50 ml.

5.6 Cốc thủy tinh chịu nhiệt có dung tích 250 ml.

5.7 Bình hút ẩm.

5.8 Giấy lọc chày chậm, phễu lọc, nắp kính thủy tinh, đĩa thủy tinh, bếp cách thủy.

5.9 Pipet một mức theo TCVN 7151.

5.10 Bình định mức theo TCVN 7153.

## 6 Chuẩn bị mẫu thử

Chuẩn bị và gia công mẫu thử theo TCVN 9924:2013.

## 7 Cách tiến hành

### 7.1 Phân hủy mẫu

Dùng cân phân tích (5.1) cân 0,5 g (m) mẫu chính xác đến 0,0001 g, (mẫu đã được sấy đến khối lượng không đổi ở 105 °C trong 2 h và làm nguội trong bình hút ẩm (5.7) đến nhiệt độ phòng) cho vào chén niken dung tích 30 ml (5.5), trong chén đã có sẵn 5 g đến 6 g KOH (4.1) (đã được làm khô bằng cách đun trên bếp nóng cho thoát hết nước). Tiến hành nung chảy mẫu ở nhiệt độ 650 °C – 700 °C đến khi được khối chảy linh động đồng nhất (khoảng 20 min), thỉnh thoảng lắc chén.

Lấy chén ra khỏi lò, để nguội, rửa bên ngoài chén bằng 5 ml - 10 ml dung dịch HCl 2 % (4.2), sau đó bằng nước cất. Chuyển chén vào cốc thủy tinh chịu nhiệt dung tích 250 ml (5.6), thêm 30 ml nước cất nóng vào chén niken ở trong cốc để làm tan khối chảy, đặt cốc bằng nắp kính thủy tinh. Dùng đũa thủy tinh có đầu bọc nhựa và vòi tia rửa sạch chén bằng dung dịch HCl (1+1) (4.2), sau đó rửa lại chén bằng nước cất nóng.

### 7.2 Tách axit silicic và xác định silic dioxit

Thêm vào cốc 25 ml – 30 ml HCl ( $d=1,19$ ) (4.2), khuấy đều cho tan hết kết tủa. Làm bay hơi dung dịch trên bếp cách thủy. Thỉnh thoảng dùng đũa thủy tinh khuấy đều dung dịch và để làm tơi kết tủa, cô cạn dung dịch cho đến khi thu được muối ẩm.

Thêm 10 ml HCl ( $d=1,19$ ) (4.2), khuấy đều, tia rửa sạch thành cốc bằng nước cất, đun nóng đến khoảng 70 °C, thêm 10 ml dung dịch gelatin 1 % (4.3), khuấy kỹ trong 5 min, thêm khoảng 50 ml nước cất nóng và để yên trên bếp ở nhiệt độ trên khoảng 15 min.

Lọc dung dịch qua giấy lọc chảy chậm ( $\Phi 11$  cm) vào bình thủy tinh có dung tích 250 ml. Rửa sạch kết tủa trên giấy lọc bằng dung dịch HCl loãng (1+20) (4.2) cho đến khi giấy lọc hết màu vàng, sau đó rửa kết tủa bằng nước cất nóng cho đến khi hết ion  $Cl^-$  (thử bằng dung dịch bạc nitrat 1 %) (4.6). Để kết tủa ráo nước. Phần dung dịch được giữ lại để tiếp tục xác định các chỉ tiêu khác nếu cần (Dung dịch A).

Chuyển kết tủa vào chén bạch kim (5.4) (chén đã được nung ở 950 °C đến khối lượng không đổi). Tro hoá giấy lọc và nung kết tủa ở nhiệt độ tăng dần đến 950 °C và giữ ở nhiệt độ này trong khoảng 1,5 h đến 2 h. Lấy chén ra, làm nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng và cân khối lượng chén và chất rắn sau nung. Tiếp tục nung và cân đến khi thu được khối lượng không đổi. ( $m_1$ )

Thêm vào chén vài giọt  $H_2SO_4(1+1)$  (4.4), 10 ml HF 40 % (4.5). Đặt chén đun trên bếp điện mạnh đến thoát khí anhydric sunfuric dày đặc, khí đó trong chén thu được cạn khô. Lặp lại quá trình nung chén và cạn khô ở nhiệt độ 950 °C trong 30 min đến 40 min. Lấy chén ra, làm nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng và cân khối lượng chén và cạn đến khi thu được khối lượng không đổi ( $m_0$ ).

Hiệu khối lượng trước và sau xử lý bốc HF (4.5) là lượng silic dioxit.

Tiến hành làm đồng thời mẫu trắng với loạt mẫu phân tích (sử dụng cùng một lượng tất cả các hóa chất, thuốc thử nhưng không có mẫu thử)

**8 Tính kết quả**

**8.1 Tính hàm lượng của silic dioxit**

Hàm lượng silic dioxit (SiO<sub>2</sub>), biểu thị theo phần trăm (%) khối lượng, được tính bằng công thức sau:

$$\%SiO_2 = \frac{(m_1 - m_0) - (m_1' - m_0')}{m} \times 100 \quad (1)$$

trong đó:

- m<sub>1</sub>: khối lượng silic dioxit và tạp chất trong mẫu trước khi xử lý bằng H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>+ HF, g;
- m<sub>0</sub>: khối lượng tạp chất trong mẫu sau khi xử lý bằng H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>+HF, g;
- m<sub>1</sub>': khối lượng silic dioxit và tạp chất trong mẫu trắng trước khi xử lý bằng H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>+HF, g;
- m<sub>0</sub>': khối lượng tạp chất trong mẫu trắng sau khi xử lý bằng H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>+HF, g;
- m: khối lượng mẫu lấy để phân tích, g.

**8.2 Độ chệch phép thử song song**

Sai lệch lớn nhất giữa hai kết quả xác định song song hoặc đối song không vượt quá giá trị D trong Bảng 1:

**Bảng 1 - Độ chệch cho phép của phương pháp đối với SiO<sub>2</sub>**

Cấp hàm lượng SiO <sub>2</sub> (%)	Sai lệch tương đối D (%)
Từ 1,0 đến nhỏ hơn 2,0	26
Từ 2,0 đến nhỏ hơn 5,0	19
Từ 5,0 đến nhỏ hơn 10,0	14
Từ 10,0 đến nhỏ hơn 20,0	8,9
Từ 20,0 đến nhỏ hơn 30,0	5,3
Từ 30,0 đến nhỏ hơn 40,0	3,6

## 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) Kết quả thử nghiệm;
- 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**

[1] Tập IV, Quy trình phân tích quặng, mẫu không kim loại, Cục Địa chất và Khoáng sản Việt Nam-2006.

[2] Quy trình Nội bộ - Phương pháp khối lượng xác định hàm lượng silic trong đất, đá quặng chì kẽm (ký hiệu QTNB - Pb, Zn: S1/2018).

[3] Tiêu chuẩn ngành, Đất, đá quặng sắt – Phần 4: Xác định hàm lượng silic dioxit – Phương pháp khối lượng (Ký hiệu:TCN - QT SA.01 - HH/05).

[4] Hoàng Minh Châu, Cơ sở phân tích hóa học. Nhà xuất bản khoa học kỹ thuật.

---