

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 13596-5:2022

Xuất bản lần 1

**ĐẤT ĐÁ QUẶNG CHÌ KẼM – PHẦN 5: XÁC ĐỊNH
HÀM LƯỢNG SẮT TỔNG SỐ BẰNG PHƯƠNG PHÁP
QUANG PHỔ HẤP THỤ PHÂN TỬ**

*Soils, rocks, ore containing lead zinc – Part 5: Determination of iron content by
spectrophotometric method*

HÀ NỘI 2022

Lời nói đầu

TCVN 13596-5:2022 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 chỉ 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 5: Xác định hàm lượng sắt tổng số bằng phương pháp quang phổ hấp thụ phân tử

Soils, rocks, ore containing lead zinc – Part 5: Determination of iron content by spectrophotometric method

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp quang phổ hấp thụ phân tử (UV-VIS) để xác định hàm lượng sắt tổng số (TFe) trong đất, đá quặng chì kẽm từ 0,5 % (theo khối lượng) đến 5 % (theo khối lượng).

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, ronghen, nhiệt.*

3 Nguyên tắc

Mẫu sau khi phân hủy thành dung dịch bằng cách nung chảy với kali hydroxit, sắt tồn tại ở dạng hydroxit, hòa tan hydroxit sắt rồi xác định hàm lượng sắt tổng số bằng phương pháp đo quang phổ hấp thụ phân tử phức màu vàng của Fe^{3+} với axit sunfosalixilic trong môi trường kiềm. Từ đó tính được hàm lượng sắt tổng số.

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 4851:1989 (ISO 3696:1987).

TCVN 13596-5:2022

4.1 Kali hydroxit 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.

Ngâm 1 g gelatin trong 100 ml nước cất nóng (60 °C - 70 °C) khoảng 30 min, khuấy đều cho tan hết.

4.4 Dung dịch chuẩn sắt có nồng độ 0,100 mg Fe/ml có bán sẵn trên thị trường.

4.5 Amoni hydroxit NH₄OH 25 %.

4.6 Axit sunfosalixilic dung dịch 10 % (theo thể tích).

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 có độ chính xác 1.10^{-4} g.

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

5.3 Chén niken có dung tích 30-50 ml.

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

5.5 Bình hút ẩm.

5.6 Thiết bị quang phổ hấp thụ phân tử UV-1201V hoặc thiết bị có đặc tính kỹ thuật tương đương

5.7 Giấy lọc chảy chậm, phễu lọc, nắp kính thủy tinh, đĩa thủy tinh, bếp cách thủy.

5.8 Pipet một mức theo TCVN 7151.

5.9 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 0,2 g đến 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 (5.5) đến nhiệt độ phòng) cho vào chén niken dung tích 30 ml (5.3), 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 rung 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, tráng bên ngoài chén bằng axit clohydric HCl 2 % (4.2). Chuyển chén vào cốc thủy tinh chịu nhiệt dung tích 250 ml (5.4), cho vào chén 30 ml nước cất nóng, đặt cốc bằng nắp kính thủy tinh. Dùng đĩa thủy tinh có đầu bọc nhựa và vòi tia rửa sạch chén bằng dung dịch axit clohydric HCl 2 % (4.2), sau đó bằng nước cất nóng.

Thêm vào cốc 25 ml – 30 ml axit clohydric 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 đĩa thủy tinh khuấy đều dung dịch và làm tới kết tủa cho đến khi thu được muối ẩm. Nếu quan sát thấy còn những hạt đen do mẫu chưa tan hết thì thêm 10 ml axit clohydric HCl ($d=1,19$) (4.2) nữa và lại cô đến muối ẩm. Lặp lại thao tác trên đến khi mẫu tan hoàn toàn (hết các hạt đen).

Thêm 10 ml HCl ($d=1,19$) (4.2), khuấy đều, tia rửa thành cốc bằng nước cất (khoảng 10 ml) và đun nóng đến khoảng 70 °C, thêm 10 ml dung dịch gelatin 1 % (4.3), khuấy đều trong 5 min, thêm khoảng 30 ml nước cất nóng và để yên ở nhiệt độ trên khoảng 15 min.

Lọc dung dịch qua giấy lọc chảy chậm vào bình định mức thủy tinh dung tích 250 ml (5.9). Rửa kết tủa 9-10 lần bằng dung dịch axit clohydric HCl loãng (1+20) (4.2) cho đến khi giấy lọc hết màu vàng, sau đó rửa 4-5 lần bằng nước cất nóng cho đến khi hết ion Cl^- (thử bằng dung dịch bạc nitrat). Để nguội, định mức bằng nước cất đến vạch, lắc đều.

7.2 Tiến hành phân tích xác định sắt

Lấy chính xác 2 ml – 5 ml dung dịch trên vào bình định mức thủy tinh 50 ml (hoặc 100 ml) tùy theo hàm lượng Fe trong mẫu (có thể nhận biết theo độ đậm nhạt của màu vàng dung dịch mẫu), thêm nước cất đến khoảng 25 ml. Thêm 10 ml axit sunfosalixilic, dung dịch 10 % (4.6), trung hòa bằng dung dịch amoni hydroxit NH_4OH 25 % (4.5) đến khi dung dịch chuyển sang màu vàng, cho dư thêm 2 ml amoni hydroxit NH_4OH 25 % (4.5) nữa. Định mức đến vạch mức bằng nước cất, lắc đều. Để yên dung dịch sau 15 min đem đo độ hấp thụ quang của phức màu tại bước sóng 430 nm.

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).

7.3 Xây dựng đồ thị chuẩn

Lần lượt lấy vào bình định mức thủy tinh dung tích 50 ml các thể tích 0, 1, 2, 3, 4, 5 ml dung dịch tiêu chuẩn TFe 0,100 mg/ml (tương ứng với 0,00-0,05-0,10-0,15-0,20-0,25 mg TFe). Thêm tất cả các hóa chất, thuốc thử và tiến hành phân tích như mục (7.2).

Tiến hành đo mẫu theo thứ tự như sau:

- Đo độ hấp thụ của dãy dung dịch đường chuẩn: Đo độ hấp thụ của dung dịch chuẩn trắng rồi đo các dung dịch chuẩn có nồng độ từ thấp đến cao.

TCVN 13596-5:2022

- Đo độ hấp thụ của dung dịch mẫu trắng, dung dịch mẫu thử.

- Dụng đồ thị sự phụ thuộc giữa độ hấp thụ quang D (trục tung) và lượng (mg) Fe (trục hoành) (sau khi đã trừ tín hiệu mẫu trắng).

Nếu hàm lượng TFe trong mẫu lớn, có thể mở rộng phạm vi dãy dung dịch chuẩn hoặc tiến hành pha loãng dung dịch mẫu thử. Thêm tất các hóa chất, thuốc thử như mục 7.2 rồi tiến hành phân tích.

8 Tính kết quả

8.1 Tính hàm lượng tổng sắt

Nếu thiết bị quang phổ hấp thụ phân tử có chương trình tự động tính kết quả thì đưa tham số cần thiết vào thiết bị và ghi giá trị % TFe.

Nếu theo phương pháp đồ thị thì hàm lượng phần trăm (%) của TFe trong mẫu được tính theo công thức sau:

$$\%TFe = \frac{a \cdot V_{dm} \cdot K}{1000 \cdot m \cdot V_h} \times 100$$

trong đó:

- a: là lượng TFe của mẫu tương ứng với độ hấp thụ quang đo được theo đồ thị, mg;
- V_{dm} : là thể tích định mức dung dịch mẫu, ml;
- V_h : là thể tích dung dịch lấy để xác định sắt, ml;
- K: là hệ số pha loãng mẫu thử;
- m: là khối lượng mẫu cân 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 TFe

Cấp hàm lượng TFe (%)	Sai lệch tương đối D (%)
Từ 0,50 đến nhỏ hơn 1,00	30
Từ 1,00 đến nhỏ hơn 2,00	25
Từ 2,00 đến nhỏ hơn 5,00	16

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] Tiêu chuẩn ngành, Đất, đá silicat - Phương pháp đo quang xác định hàm lượng sắt tổng số (ký hiệu tiêu chuẩn:TCN 01-VI PTH/94)

[2] Quy trình nội bộ: Đất, đá quặng chì kẽm - Phương pháp đo quang xác định hàm lượng sắt tổng số (ký hiệu QTCS - Pb, Zn: Fe/2018)

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

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