

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 13597-1:2022**

Xuất bản lần 1

**ĐẤT, ĐÁ QUẶNG – PHẦN 1: XÁC ĐỊNH THÀNH PHẦN  
KHOÁNG VẬT SÉT CAO LẠNH BẰNG PHƯƠNG PHÁP  
NHIỄU XẠ TIA X**

*Soils, rocks and ores - Part 1: Determination of compositions clay mineral of kaolin -  
inductively X-ray diffraction (XRD) method*

HÀ NỘI – 2022

**Lời nói đầu**

TCVN 13597-1 : 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 13597 Đất, đá quặng gồm các phần sau:

- 1 TCVN 13597-1:2022 Phần 1: Xác định thành phần khoáng vật sét cao lanh bằng phương pháp nhiễu xạ tia X
- 2 TCVN 13597-2:2022 Phần 2: Xác định thành phần khoáng vật sét cao lanh bằng phương pháp nhiệt vi sai

## Đất, đá quặng – Phần 1: Xác định thành phần khoáng vật sét cao lanh bằng phương pháp nhiễu xạ tia X

*Soils, rocks and ores – Part 1: Determination of compositions clay mineral of kaolin - inductively X-ray diffraction (XRD) method*

**CẢNH BÁO** – Tiếp xúc với tia X có thể làm phát sinh các bệnh về da và huyết học. Phương pháp nhiễu xạ tia X phải tuân thủ các quy định quốc gia liên quan bảo vệ bức xạ. Trong quá trình phân tích nhiễu xạ tia X, cần ít nhất một người đủ điều kiện quản lý hoặc giám sát vận hành thiết bị X-quang theo quy định quốc gia.

### 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp nhiễu xạ tia X để xác định thành phần khoáng vật sét cao lanh trong mẫu đất, đá quặng.

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

*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): Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm, năm 1989 (1987).*

### 3 Nguyên tắc

Phương pháp dựa trên việc chiếu chùm tia X lên bề mặt mẫu có cấu trúc tinh thể tạo nên hiệu ứng nhiễu xạ thỏa mãn định luật Bragg:  $n\lambda = 2d \sin\theta$ .

Xác định thành phần khoáng vật dựa trên cơ sở so sánh đối chiếu tập hợp các giá trị khoảng cách ô mạng ( $d$ ) với hệ thống cơ sở dữ liệu chuẩn ICDD.

## TCVN 13597-1:2022

Để tính định lượng căn cứ vào giá trị cường độ các pik (J) chính của khoáng vật thu được trên gián đồ nhiễu xạ.

### 4 Thuốc thử, hóa chất

- 4.1 Cồn tuyệt đối Ethanol, hàm lượng  $\geq 99,7\%$  (dùng để rửa cối và vệ sinh dụng cụ chuẩn bị mẫu).
- 4.2 Mẫu chuẩn corundum  $Al_2O_3$  (mẫu của hãng cung cấp kèm theo máy - dùng để chuẩn máy).
- 4.3 Mẫu bột corundum ( $Al_2O_3$ ), hàm lượng 99 % (làm mẫu chuẩn).

### 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 Thiết bị phân tích nhiễu xạ tia X: thiết bị chính, thiết bị làm mát, máy tính, máy in và phần mềm đo và xử lý.
- 5.2 Tủ sấy, có điều khiển nhiệt độ đến  $200\text{ }^\circ\text{C} \pm 5\text{ }^\circ\text{C}$ .
- 5.3 Cân phân tích có độ chính xác 0,001 g.
- 5.4 Giá mẫu (5 cm x 5 cm).
- 5.5 Cối mã não, dung tích 150 ml (dùng để nghiền mẫu).
- 5.6 Thìa xúc mẫu, bằng nhựa hoặc hợp kim chuyên dụng.
- 5.7 Tấm sắt gạt mẫu (kích thước 5 cm x 2,5 cm).
- 5.8 Tấm kính ép mẫu (kích thước 8 cm x 3,5 cm x 1 cm).

### 6 Chuẩn bị mẫu thử

Gia công mẫu thử theo TCVN 9924:2013

### 7 Cách tiến hành

#### 7.1 Tạo mẫu đo

Dùng thìa xúc mẫu (5.6) xúc khoảng 2/3 thìa cho vào giá mẫu; dùng tấm sắt gạt mẫu (5.7) gõ cho mẫu xuống đều; sau đó dùng tấm kính ép mẫu (5.8) để tạo bề mặt mẫu phẳng bằng với bề mặt của giá mẫu (5.4).

#### 7.2 Đo mẫu

Thiết bị được cài đặt để thực hiện phép đo theo hướng dẫn của nhà sản xuất, các thông số cài đặt thiết bị để phân tích xem Bảng 1.

**Bảng 1 – Thông số cài đặt thiết bị**

Điện thế	Dòng	Ống phát tia	Hệ thống khe thu nhận	Tốc độ quét (scanspeed)	Bước nhảy (increment)	Kiểu quét (scantype)	Góc đầu	góc cuối
35 Kv	35 mA	Co	1,0 mm x 1,0 mm x (bản lọc $\gamma$ -Fe) x 0,2 mm	0,3 s	0,015° 2 $\theta$	Locked coupled	5° 2 $\theta$	60° 2 $\theta$

Giản đồ sẽ được lưu lại. Trên giản đồ thể hiện ký hiệu mẫu, các thông số góc quét, các giá trị khoảng cách ô mạng (d), kiểu quét, bước nhảy, tốc độ quét.

## 8 Xác định thành phần khoáng vật

### 8.1 Định tính thành phần khoáng vật

Vào phần mềm xử lý giản đồ đo mẫu vừa thu được ở mục (7.2) theo hướng dẫn của hãng sản xuất phân tích mẫu dựa trên nguyên tắc mỗi một khoáng có một bộ phổ đặc trưng.

### 8.2 Định lượng thành phần khoáng vật

#### 8.2.1 Xác định các hệ số $K_{is}$ cho từng khoáng vật có trong mẫu

Tạo các hỗn hợp của từng đơn khoáng trong thành phần của mẫu với mẫu chuẩn corundum- $Al_2O_3$  theo các tỷ lệ hàm lượng tương đối: (0,5 : 2,5) - (1 : 2); (1 : 1) - (2 : 1) - (2,5 : 0,5).

Chế tạo mẫu đo cho các mẫu hỗn hợp, chụp giản đồ rơnghen, mỗi mẫu chụp 5 lần.

Tính hệ số  $K_{is}$  theo Công thức 1:

$$K_{is} = \frac{X_i}{X_S} \cdot \frac{J_S}{J_i} \quad (1)$$

trong đó

$\frac{X_i}{X_S}$  là tỷ lệ hàm lượng của đơn khoáng với mẫu chuẩn trong mẫu hỗn hợp;

$J_S$ : là cường độ pik của mẫu chuẩn ( $Al_2O_3$ ;  $d = 2.085$ );

$J_i$ : là cường độ đặc trưng của khoáng cần xác định.

Hệ số  $K_{is}$ : Giá trị trung bình của 5 cấp hàm lượng khác nhau.

## TCVN 13597-1:2022

### 8.2.2 Tính hàm lượng khoáng vật

Tính tỷ lệ từng khoáng vật theo Công thức 2.

$$X'_i = \frac{J_{ij}}{K_{is}} \quad (2)$$

Tính hàm lượng khoáng vật theo Công thức 3.

$$X_i = \frac{X'_i}{\sum_{i=1}^n X'_i} \times 100\% \quad (3)$$

trong đó

$J_{ij}$ : là cường độ pik j của khoáng i;

n: là số pha khoáng vật có trong mẫu;

$X'_i$ : là hàm lượng tỷ lệ pha i chứa trong mẫu  $\sum_{i=1}^n X'_i = 100\%$ .

Hàm lượng khoáng vật xác định được là giá trị trung bình của 3 lần đo.

### 8.3 Độ không đảm bảo đo mờ rộng

Độ không đảm bảo đo mờ rộng:  $\pm 3\%$ .

## 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) Ngày báo cáo kết quả thử;
- g) 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.

## Phụ lục A

(Tham khảo)

Bảng A.1 - Bảng tra cứu các giá trị đặc trưng cho các khoáng vật

Kaolinit		Clorit		Illit (Mica)		Thạch anh		Felspat		Gotit		Gipxit	
J	d(Å)	J	d(Å)	J	d(Å)	J	d(Å)	J	d(Å)	J	d(Å)	J	d(Å)
999	7,15	713	14,19	100	10,00	210	4,25	215	6,47	12	4,98	999	4,84
510	4,36	999	7,05	80	4,98	999	3,34	750	4,20	100	4,18	381	4,37
481	4,17	788	4,47	100	3,32	67	2,45	435	3,32	35	2,69	217	4,32
564	3,57	605	3,55	80	2,99	66	2,28	757	3,26	50	2,45	52	3,36
301	2,33	148	2,84	60	2,38	49	2,13	999	3,23	14	2,25	101	3,31
		307	2,54	60	1,99	110	1,82	229	2,88	28	2,19	66	3,18

Bảng A.2 - Bảng giá trị  $K_{is}$  của khoáng vật

STT	Khoáng vật	Pic đặc trưng của khoáng vật	$K_{is}$
1	Kaolinit	7,15	0,95
2	Clorit	7,05	1,20
3	Illit (Mica)	9,99 (10,00)	1,50
4	Thạch anh	3,34	3,01
5	Felspat	3,24	1,15
6	Gotit	4,18	1,60
7	Gipxit	4,84	1,64

### Thư mục tài liệu tham khảo

[1] Al-Ani T. and Sarapää O., 2008. Clay and clay mineral: Physical – chemical properties and industrial uses. *Geological survey of Finland*. 11-65.

[2] Guggenheim, S. and Martin, R. T. (1995). *Definition of clay and clay mineral: Journal report of the AIPEA nomenclature and CMS nomenclature committees*. *Clay and Clay Minerals* 43: 225-256.

[3]. ICDD International Center for Diffraction Data, 2004. PDF database release. *Data Sets 1-50 plus 70-88, USA*.

[4]. Murry H.H., 2007. Applied clay mineralogy: Occurrences, Processing and Application of Kaolins, Bentonites, Palygorskite-Sepiolite and Common Clays,. *Developments in Clay Science*, 2. Elsevier B.V, Netherlands. 21 -24.

[5]. Trịnh Thị Lê Thư và nnk., 1994. Tiêu chuẩn ngành đất đá và quặng. TCN.01-I,II RG/94. Phương pháp Rơnghen nhiễu xạ xác định thành phần khoáng vật trong quặng bôxít và sét. *Trung tâm phân tích thí nghiệm địa chất, Cục Địa chất Việt Nam, Bộ Công nghiệp nặng, trang 176-187*.

---