

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 9908:2013

**ĐÁ VÔI - XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG MAGNESI -
PHƯƠNG PHÁP QUANG PHỔ HẤP THỤ NGUYÊN TỬ**

Lime stone - Determination of magnesium by atomic absorption spectroscopy method

HÀ NỘI - 2013

Lời nói đầu

TCVN 9908:2013 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.

Đá vôi – Xác định hàm lượng maginesi – Phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử

Lime stone – Determination of magnesium 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 hàm lượng maginesi từ $1 \cdot 10^{-3}\%$ đến vài % trong đá vôi, phục vụ cho 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, ronghen, nhiệt*

3 Nguyên tắc

Mẫu sau khi phân hủy mẫu thử dịch bằng axit clohydric được phun vào ngọn lửa acetylen-không khí. Đo cường độ vạch hấp thụ của nguyên tử maginesi tự do ở trạng thái hơi, từ đó tính ra hàm lượng maginesi 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 clohydric, $d = 1,19$, dung dịch (1+1) và dung dịch 5%.

TCVN 9908:2013

4.2 Canxi oxide.

4.3 Canxi chloride, dung dịch có nồng độ (theo CaO) 25 mg/ml. Hoà tan 2,5 gam canxi oxide trong 20ml axit clohydric (1+1), định mức tới vạch 100ml bằng nước cất, lắc đều.

4.4 Magnesi kim loại hoặc magnesi oxide.

4.5 Dung dịch tiêu chuẩn gốc của magnesi sử dụng dung dịch chuẩn quang phổ có nồng độ theo magnesi 1000 mg/l (1000 ppm) có bán sẵn trên thị trường hoặc điều chế bằng cách hoà tan 1,0000 g magnesi kim loại trong 50 ml axit clohydric 5 M (hoặc hoà tan 1,6583g magnesi oxide trong 30 ml axit clohydric 5 M). Pha loãng bằng nước cất rồi chuyển vào bình định mức 1 lít, thêm nước đến vạch, lắc kỹ. Bảo quản dung dịch trong bình polyetylen.

4.6 Dung dịch tiêu chuẩn làm việc:

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

- Dung dịch A có độ chuẩn 100 µg/ml (100 ppm): Lấy chính xác 10 ml dung dịch tiêu chuẩn gốc cho vào bình định mức 100 ml, pha loãng đến vạch bằng nước, lắc kỹ.
- Dung dịch B có độ chuẩn 10 µg/ml (10 ppm): Lấy chính xác 10ml dung dịch tiêu chuẩn A cho vào bình định mức 100 ml, pha loãng đến vạch bằng nước, 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 acetylen $\geq 98,5\%$.

- 5.4 Đèn catot rỗng magnesi.
- 5.6 Cân phân tích, độ chính xác $2 \cdot 10^{-4}$ g.
- 5.7 Cốc thủy tinh chịu nhiệt, có dung tích 100-150 ml.
- 5.8 Pipet chia vạch 1, 2, 5, 10 ml.
- 5.9 Bình định mức, dung tích 25, 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 phân mẫu thử

Cân 0,1000 gam mẫu cho vào cốc thủy tinh chịu nhiệt 100-150 ml. Thấm ướt mẫu bằng vài giọt nước. Thêm từ từ 10 + 15 ml axit clohydric (1+1) cho đến khi ngừng tách khí carbonic. Đun nhẹ cho tan mẫu. Tia nước rửa quanh thành cốc. Để nguội rồi chuyển toàn bộ dung dịch vào bình định mức 50 ml. Rửa sạch cốc và định mức đến vạch bằng nước cất, lắc đều. Tiến hành làm đồng thời mẫu trắng (mẫu không quặng).

7.2 Chuẩn bị dãy dung dịch chuẩn

Nồng độ dãy dung dịch chuẩn magnesi được thành lập theo thứ tự sau: 0,2; 0,5; 1,0; 2,0; 5,0 $\mu\text{g/ml}$. Lần lượt lấy chính xác một thể tích dung dịch A hoặc B theo chỉ dẫn ở Bảng 1 cho vào bình định mức 50 ml, thêm dung dịch canxi chloride 25 mg/ml (theo CaO). Định mức dung dịch trong bình bằng axit clohydric 5%, lắc đều.

Bảng 1 – Chuẩn bị dãy dung dịch chuẩn

Số TT	Thể tích dung dịch A hoặc B (ml)	Thể tích dung dịch CaCl_2 (ml)	Thể tích dung dịch HCl 5% (ml)	Nồng độ magnesi ($\mu\text{g/ml}$)
1	Dung dịch B 1,0	2	Đến 50	0,2
2	2,5	2	- 50	0,5
1	Dung dịch A 0,5	2	- 50	1,0
2	1,0	2	- 50	2,0
3	5,0	2	- 50	5,0

7.3 Tiến hành phân tích

TCVN 9908:2013

Tiến hành đo phổ hấp thụ nguyên tử của maggesi theo các điều kiện:

• Bước sóng hấp thụ nguyên tử chọn (nm):	206,2
• Khe sáng (nm):	0,5
• Chiều cao ngọn lửa (mm):	4 + 5
• Cường độ dòng đèn catot (mA):	3/4
• Lưu lượng acetylen (ml/min):	24
• Lưu lượng không khí (ml/min):	20
• Góc nghiêng của đèn nguyên tử hoá:	0°
• Khoảng nồng độ tuân theo định luật Lambe-Bia (µg/ml):	0,1 + 10,0

8 Tính kết quả

8.1 Tính hàm lượng Maggesi

Hàm lượng Maggesi được tính theo phương pháp đồ thị chuẩn (có trong phần mềm của thiết bị) hoặc theo phương pháp điểm chuẩn.

Công thức tính theo phương pháp điểm chuẩn:

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

trong đó:

$C_{t/c}$: - Nồng độ maggesi trong dung dịch chuẩn, µg/ml.

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

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

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

K : - Hệ số pha loãng dung dịch mẫu.

G : - Khối lượng phần mẫu thử, g.

Hệ số tính chuyển hàm lượng từ Mg thành MgO: $k = 1,658$.

(Với các hệ thiết bị hiện đại, việc tính toán được xử lý trên phần mềm cho ra kết quả hàm lượng MgO theo yêu cầu).

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 2 sau:

Bảng 2 – Sai số cho phép của phương pháp đối với Mg

Số TT	Dải hàm lượng (% MgO)	Sai lệch tuyệt đối Δ (%)
1	0,0010 + < 0,002	0,002
2	0,002 + < 0,005	0,003
3	0,005 + < 0,010	0,005
4	0,010 + < 0,020	0,008
5	0,020 + < 0,050	0,010
6	0,050 + < 0,100	0,015
7	0,100 + < 0,200	0,020
8	0,200 + < 0,500	0,030
9	0,500 + < 1,000	0,050
10	1,0 + < 2,0	0,080
11	2,0 + < 5,0	0,15

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 hấp thụ nguyên tử xác định hàm lượng maggesi trong đá vôi. (T.C.N.01-VIII PTH/94).
