TCVN **TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

TCVN 9909:2013

ĐÁ VÔI - XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG KALI, NATRI - PHƯƠNG PHÁP QUANG PHỔ HẤP THỤ NGUYÊN TỬ

Lime stone -
Determination of sodium and postassium by atomic absorption spectroscopy method

HÀ NỘI - 2013

Lời nói đầu

TCVN 9909: 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 natri và kali –
Phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử

Lime Stone – Determination of sodium and postassium 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 và kali có hàm lượng từ 1.10^{-4} đến 10 % trong đá vôi, 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 thuỷ tinh – Pipet một mức*

TCVN 7153 (ISO 1042), *Dụng cụ thí nghiệm bằng thuỷ tinh – Bình định mức*

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

3. Nguyên tắc của phương pháp

Mẫu sau khi phân huỷ thành dung dịch bằng hỗn hợp axit flohidric và axit pecloric được phun vào ngọn lửa acetylen-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, 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 clohidric, d = 1,14.

4.2 Axit pecloric, d = 1,68.

4.3 Axit clohidric, d = 1,19, dung dịch 0,5% và dung dịch 5%.

4.4 Canxi oxide, dung dịch có nồng độ 25mg/ml (theo CaO). Hoà tan 2,5 gam canxi oxide trong 20 ml axit clohidric (1+1). Pha nước đến thể tích 100 ml.

4.5 Natri clorua.

4.6 Kali clorua.

4.7. Dung dịch tiêu chuẩn gốc các nguyên tố natri, kali 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 polyetylen.

• 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 polyetylen.

4.8. 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 µg/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 µg/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.

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 ≥ 98,5%..

5.4 Đèn catot rỗng natri, kali.

5.5 Cân phân tích, độ chính xác 2.10^{-4} g.

5.6 Chén bạch kim, có dung tích 30 ml.

5.7 Pipet chia vạch 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 huỷ phần mẫu thử

Cân 0,1000 gam mẫu cho vào chén bạch kim. Thấm ướt mẫu bằng một ít nước. Thêm từ từ 5-7 ml axit flohidric d=1,14; 2-3 ml axit pecloric d=1,68. Đun trên bếp điện đến thoát khói trắng dày đặc. Để nguội, tia nước rửa quanh thành chén. Tiếp tục đun đến cạn khô.

Hoà tan muối trong chén bằng 10 ml axit clohidric 5%. Chuyển dung dịch vào bình định mức 50 ml hoặc 100 ml. Rửa sạch chén và định mức đến vạch bằng axit clohidric 0,5%. Lắc đều dung dịch. Để lắng dung dịch 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 và các thuốc thử khác theo chỉ dẫn ở *bảng 1* cho vào bình định mức 50 ml. Định mức đến vạch bằng axit clohidric 0,5%, lắc đều.

Bảng 1. Chuẩn bị dãy dung dịch chuẩn

Số TT	Thể tích dung dịch B (ml)	Thể tích dung dịch canxi (ml)	Thể tích dung dịch HCl 5%	Nồng độ nguyên tố(µg/ml)
1	0,5	2	Đến 50	0,1
2	1,0	2	- 50	0,2
3	2,5	2	- 50	0,5
4	4,0	2	- 50	0,8
5	5,0	2	- 50	1,0
6	0,0	2	- 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 acetylen, lưu lượng không khí, góc nghiên của đèn nguyên tử hóa, khoảng nồng độ tuyến tính ... được khảo sát ở điều kiện tối ưu trước khi tiến hành đo.

8. Tính kết quả

8.1 Tính hàm lượng nguyên tố

Công thức tính hàm lượng K (hoặc Na) theo phương pháp điểm chuẩn:

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

trong đó:

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

$D_{t/c}$: Độ hấp thụ quang của dung dịch chuẩn.

D_x: - Độ hấp thụ quang của dung dịch phân tích.

$V_{đm}$: - 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 nguyên tố ra oxide:

$Na \rightarrow Na_2O$	k= 1,347
$K \rightarrow K_2O$	k= 1,205

(Với các hệ thiết bị phân tích hiện đại được tính toán trên phần mềm để cho ra kết quả phân tích).

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 3* sau:

Bảng 3. Sai số cho phép của phương pháp đối với K, Na

Số TT	Dải hàm lượng (% Me_2O)	Sai lệch tuyệt đối (%)
1	0,0002 ÷ <0,0005	0,0002
2	0,0005 ÷ <0,0010	0,0005
3	0,0010 ÷ <0,0020	0,0008
4	0,0020 ÷ <0,0050	0,0015
5	0,0050 ÷ <0,0100	0,0020
6	0,010 ÷ <0,020	0,0050
7	0,020 ÷ <0,050	0,007
8	0,050 ÷ <0,100	0,010
9	0,10 ÷ <0,20	0,020
10	0,20 ÷ <0,50	0,030
11	0,50 ÷ <1,00	0,050
12	1,00 ÷ <2,00	0,070
13	2,00 ÷ 5,00	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 xã định hàm lượng kali, nartri trong mẫu carbonat canxi (T.C.N. 09-IIHTNT/94)