

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 12202-1:2018

Xuất bản lần 1

**ĐẤT, ĐÁ QUẶNG APATIT VÀ PHOTPHORIT -
PHẦN 1: XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CHẤT KHÔNG TAN
BẰNG PHƯƠNG PHÁP KHỐI LƯỢNG**

*Apatite and phosphorite ores -
Part 1: Determination of insoluble impurities content - Gravimetric method*

HÀ NỘI - 2018

Lời nói đầu

TCVN 12202-1:2018 do 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.

Bộ TCVN Đất, đá quặng apatit và photphorit gồm các phần sau:

- | | | |
|---|-------------------|--|
| 1 | TCVN 12202-1:2018 | <u>Phần 1: Xác định hàm lượng chất không tan bằng phương pháp khối lượng</u> |
| 2 | TCVN 12202-2:2018 | <u>Phần 2: Xác định hàm lượng photpho bằng phương pháp chuẩn độ</u> |
| 3 | TCVN 12202-3:2018 | <u>Phần 3: Xác định hàm lượng photpho bằng phương pháp quang phổ phát xạ plasma cảm ứng (ICP-OES)</u> |
| 4 | TCVN 12202-4:2018 | <u>Phần 4: Xác định hàm lượng flo bằng phương pháp chuẩn độ và phương pháp đo màu</u> |
| 5 | TCVN 12202-5:2018 | <u>Phần 5: Xác định hàm lượng titan bằng phương pháp đo màu</u> |
| 6 | TCVN 12202-6:2018 | <u>Phần 6: Xác định hàm lượng silic bằng phương pháp khối lượng</u> |
| 7 | TCVN 12202-7:2018 | <u>Phần 7: Xác định hàm lượng canxi, magie bằng phương pháp quang phổ phát xạ plasma cảm ứng (ICP-OES)</u> |
| 8 | TCVN 12202-8:2018 | <u>Phần 8: Xác định hàm lượng sắt tổng số và sắt (II) bằng phương pháp chuẩn độ bicromat</u> |
| 9 | TCVN 12202-9:2018 | <u>Phần 9: Xác định hàm lượng lưu huỳnh bằng phương pháp khối lượng</u> |

Đất, đá quặng apatit và photphorit –

Phần 1: Xác định hàm lượng chất không tan bằng phương pháp khối lượng

Apatite and phosphorite ores –

Part 1: Determination of insoluble impurities content - Gravimetric method

1 Phạm vi áp dụng

Quy trình này quy định phương pháp khối lượng xác định hàm lượng chất không tan-CKT (trong hỗn hợp cường thủy) từ 0,1 % đến 70 % trong mẫu quặng apatit, photphorit.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn 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

Phân hủy mẫu bằng hỗn hợp cường thủy. Lượng chất không tan được xác định bằng phương pháp khối lượng.

CHÚ THÍCH: Dùng axit boric để ngăn cản ảnh hưởng của flo. Lượng dư axit boric không trở ngại quá trình xác định sau này.

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 boric H_3BO_3 0,3 % pha trong axit clohidric HCl ($d=1,19$): Hòa tan 1,5 g H_3BO_3 trong 500 ml HCl ($d=1,19$).

4.2 Axit nitric HNO_3 ($d=1,40$).

4.3 Axit clohidric HCl ($d=1,19$).

4.4 Gielatin dung dịch 1 %

Ngâm 2 g gielatin trong 200 ml nước cất nóng khoảng $70\text{ }^{\circ}\text{C}$ - $80\text{ }^{\circ}\text{C}$ sau đó khuấy kỹ cho tan hết. Dung dịch pha và dùng trong ngày phân tích.

4.5 Bạc nitrat $AgNO_3$ dung dịch 1 %.

4.6 Hỗn hợp cường thủy, pha hỗn hợp dung dịch Axit nitric HNO_3 ($d=1,40$) và Axit clohidric HCl ($d=1,19$) theo tỷ lệ 1:3 (v/v).

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 Pipet một mức theo TCVN 7151.

5.2 Bình định mức theo TCVN 7153.

5.3 Lò nung có rơ le điều khiển nhiệt độ đến $1000\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$.

5.4 Cân phân tích độ chính xác 0,0002 g.

5.5 Bình hút ẩm.

5.6 Hộp thủy tinh có nắp nhôm dung tích 50 ml.

5.7 Chén sứ dung tích 10 ml.

6 Chuẩn bị mẫu thử

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

7 Cách tiến hành

Cân khoảng 1,0 g mẫu chính xác đến 0,0001 g đã được sấy khô đến khối lượng không đổi trong khoảng 2 h cho vào cốc thủy tinh dung tích 250 ml, tẩm ướt bằng nước cất. Thêm vào 20 ml HCl ($d=1,19$) (4.3) chứa 0,3 % H_3BO_3 (4.1), 7 ml HNO_3 ($d=1,4$) (4.2) và 10 ml nước. Đun trên bếp điện yếu hoặc trên bếp cách thủy sôi trong 1 h 30 min (thình thoảng lắc và thêm nước để giữ ổn định thể tích ban đầu).

Đun sôi nhẹ 30 min. Thêm nước đến thể tích 70 ml. Đun nóng 60 °C đến 80 °C, thêm vào 2 ml gelatin 1 % (4.3), khuấy kỹ. Đun nóng 10 min.

Lọc nóng qua giấy lọc chày chậm, hứng nước lọc vào bình định mức 250 ml. Rửa phần không tan bằng HCl 1 % nóng tới hết màu vàng trên giấy lọc, rửa bằng nước nóng đến hết ion Cl⁻ (kiểm tra bằng AgNO₃ (4.4)). Nước lọc trong bình định mức 250 ml được giữ lại để có thể xác định một số nguyên tố khác (dung dịch 1).

Giấy lọc chứa phần không tan cho vào chén sứ 10 ml (5.5) đã biết khối lượng (chén sứ đã được nung ở 900 °C đến khối lượng không đổi trong và cân khối lượng chén m_0). Tro hóa giấy lọc ở nhiệt độ 400°C đến 500 °C, sau đó nâng dần nhiệt độ lò lên 900 °C và giữ ở nhiệt độ này trong 2 h đến 3 h. Để chén nguội trong bình hút ẩm (5.3) rồi đem cân trên cân phân tích m_1 (5.2).

8 Tính kết quả

8.1 Tính hàm lượng chất không tan

Hàm lượng chất không tan (CKT), biểu thị theo phần trăm (%) khối lượng, được tính bằng công thức sau:

$$\%CKT = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100$$

trong đó:

m_0 : Khối lượng chén không, g;

m_1 : Khối lượng chén có chất không tan sau khi nung, g;

m : Khối lượng mẫu cân, g.

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 trong Bảng 1:

Bảng 1 – Sai số phân tích

Cấp hàm lượng CKT (%)	Sai lệch tương đối (%)
Từ 0,10 đến nhỏ hơn 0,50	47
Từ 0,50 đến nhỏ hơn 1,00	33
Từ 1,00 đến nhỏ hơn 2,00	26
Từ 2,00 đến nhỏ hơn 5,00	19
Từ 5,00 đến nhỏ hơn 10,00	14
Từ 10,00 đến nhỏ hơn 20,00	8,9
Từ 20,00 đến nhỏ hơn 30,00	5,3
Từ 30,00 đến nhỏ hơn 40,00	3,6

TCVN 12202-1:2018

Từ 40,00 đến nhỏ hơn 50,00	2,8
Từ 50,00 đến nhỏ hơn 60,00	2,2
Từ 60,00 đến nhỏ hơn 70,00	2,0

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;
- h) 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 – Phương pháp khối lượng xác định chất không tan trong quặng Apatit, Photphorit (ký hiệu QT AP.01-HH/05).
