

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 12202-3:2018

Xuất bản lần 1

**ĐẤT, ĐÁ QUẶNG APATIT VÀ PHOTPHORIT -
PHẦN 3: XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG PHOTPHO BẰNG
PHƯƠNG PHÁP QUANG PHỔ PHÁT XẠ PLASMA
CẢM ỨNG (ICP-OES)**

*Apatite and phosphorite ores -Part 3: Determination of phosphorus content -
Inductively couple plasma optical emission spectrometry (ICP-OES) method*

HÀ NỘI - 2018

Lời nói đầu

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

Đất, đá quặng apatit và photphorit –

Phần 3: Xác định hàm lượng photpho bằng phương pháp quang phổ phát xạ cảm ứng (ICP-OES)

Apatite and phosphorite ores –

Part 3: Determination of phosphorus content – Inductively coupled plasma optical emission spectrometry (ICP-OES) method

1. Phạm vi áp dụng

Quy trình này quy định phương pháp phân tích quang phổ PLASMA (ICP) xác định nguyên tố photpho trong mẫu đất, đá quặng apatit, photphorit từ 0,05 % đến 10 %.

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

Mẫu sau khi phân hủy bằng hỗn hợp 4 loại axit HF, HNO₃, HCl, HClO₄. Dung dịch được phun vào ngọn lửa PLASMA. Đo cường độ phát xạ của nguyên tố P khi bị kích thích bởi nguồn năng lượng PLASMA từ đó xác định được hàm lượng của photpho.

TCVN 12202-3:2018

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 HCl (d=1,19); HCl 10 % thể tích.
- 4.2 Axit flohydric HF (d=1,14).
- 4.3 Axit nitric HNO₃ (d=1,4).
- 4.4 Axit pecloric HClO₄ (d=1,7).
- 4.5 Hydro peoxit H₂O₂ 35 % thể tích.
- 4.6 Dung dịch tiêu chuẩn dùng cho quang phổ ICP hàm lượng P có nồng độ 1000 mg/l.
- 4.7 Dung dịch làm việc P 100 ppm được pha từ dung dịch gốc (4.6).

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 Máy quang phổ PLASMA.
- 5.4 Cân phân tích độ chính xác 0,0002 g.
- 5.5 Bình hút ẩm.
- 5.6 Bình khí Argon tinh khiết 99,99 %.
- 5.7 Bình định mức polyetylen dung tích 100 ml.
- 5.8 Micropipet tự động 2 ml, 5 ml, 10 ml.
- 5.9 Chén Teflon có nắp dung tích 50 ml.

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

Cân 0,1 g đến 0,5 g (m) mẫu đã được sấy khô đến khối lượng không đổi ở 105 °C, chính xác đến 0,0001 g cho vào chén Teflon dung tích 50 ml (5.7) tắm ướt bằng một ít nước cất. Thêm vào 10 ml HF d= 1,14 (4.2), 5 ml HNO₃ d=1,4 (4.3) và 2 ml HClO₄ d=1,7 (4.4) đun nhẹ trên điện đến khi khô hết khói trắng (Cl₂O₇). Lấy mẫu khỏi bếp, để nguội bớt rồi hòa tan bằng 20 ml HCl 10 % theo thể tích (4.1) và 5 giọt H₂O₂ (4.5), đậy chặt nắp, đặt lên bếp đun nhẹ cho tan hết mẫu. Lấy xuống để nguội, chuyển toàn bộ dung dịch vào bình định mức polyetylen dung tích 100 ml (V_{dm}), thêm nước đến vạch, lắc đều. Tiến hành đồng thời làm mẫu trắng của phương pháp (method bank).

7.2 Chuẩn bị dung dịch chuẩn

Sử dụng dung dịch tiêu chuẩn photpho có độ chuẩn 1000 mg/l dùng cho ICP để pha dãy chuẩn có nồng độ lần lượt là 0,05 ppm, 0,25 ppm, 2,5ppm, 5 ppm, 10 ppm, 100 ppm trong nền dung dịch HCl nồng độ 2 M, cụ thể bằng sau:

| Loại dung dịch | Thể tích lấy (ml) | Thể tích định mức (ml) | Nồng độ (ppm) |
|--------------------------|-------------------|------------------------|---------------|
| P 1000 ppm | 10 | 100 | 100 |
| P 100 ppm | 10 | 100 | 10 |
| P 10 ppm | 50 | 100 | 5 |
| P 5 ppm | 50 | 100 | 2,5 |
| P 2,5 ppm | 10 | 100 | 0,25 |
| P 2,5 ppm | 2 | 100 | 0,05 |
| Dung dịch nền HCL 2 M | 100 | 100 | 0 |

Sau khi đo phổ phát xạ ứng với từng cấp hàm lượng sẽ thu được đồ thị chuẩn biểu diễn sự phụ thuộc của cường độ phát xạ vào nồng độ nguyên tố photpho.

7.3 Tiến hành phép đo

Tiến hành đo phổ phát xạ nguyên tố P theo các thông số của thiết bị ICP – OES như sau:

| | |
|--|-------------------------|
| Công suất máy phát (RF power): | 1150 W |
| Thời gian từ khi hút dung dịch đến khi bắt đầu đo phổ: | 20 sec |
| Kiểu đồ thị chuẩn lựa chọn: | nồng độ (concentration) |
| Số lần lặp lại một phép đo: | 3 lần |
| Tốc độ khí Ar tạo plasma: | 15 l/min |
| Tốc độ khí Ar làm sạch đường truyền tín hiệu quang: | 4 l/min |
| Tốc độ khí Ar làm sạch buồng chứa hệ quang học: | 4 l/min |
| Tốc độ khí làm sạch camera: | 80 ml/min |
| Áp lực khí Ar ở đầu vào nebulizer | 25 psi |
| Tốc độ khí Ar bổ trợ: | 0,5 l/min |
| Tốc độ bơm hút dung dịch mẫu vào nebulizer: | 120 rpm |
| Chế độ đo: | xuyên tâm |
| Thời gian đo ở các vùng bước sóng | Xuyên tâm |
| Vùng UV | 6 sec |
| Vùng Vis | 6 sec |

Bước sóng của nguyên tố P được lựa chọn cho phương pháp là λ_P : 213,618 nm

CHÚ THÍCH: Các tham số trên có tính chất tham khảo. Các thiết bị có tính năng tương đương, chọn điều kiện đo

TCVN 12202-3:2018

theo hướng dẫn của nhà sản xuất.

8 Tính kết quả

8.1 Tính hàm lượng nguyên tố P

Hàm lượng nguyên tố P được tính theo công thức sau:

$$P(\%) = a \times \frac{V_{dm}}{m} \times 10^{-4}$$

trong đó:

- a Hàm lượng nguyên tố P trong mẫu, tương ứng với cường độ phát xạ được đo trên đồ thị chuẩn, ppm.c;
- V_{dm} Thể tích định mức (ml);
- m Khối lượng mẫu;
- 10^{-4} Hệ số chuyển đổi từ ppm về %.

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 D trong bảng 1:

Bảng 1 – Sai số phân tích

| Cấp hàm lượng P (%) | Sai lệch tương đối D (%) |
|-------------------------|--------------------------|
| Từ 0,05 đến nhỏ hơn 0,5 | 15 |
| Từ 0,5 đến nhỏ hơn 5 | 10 |
| Từ 5 đến nhỏ hơn 10 | 8 |

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 1994 – Phương pháp đo quang xác định hàm lượng photpho

[2] Tiêu chuẩn ngành 2001 – Phương pháp quang phổ Plasma xác định hàm lượng photpho (ký hiệu TCN 01-VIII ICP/01).
