

BỘ CÔNG NGHIỆP

BỘ CÔNG NGHIỆP

CỘNG HÒA XÃ HỘI CHỦ NGHĨA VIỆT NAM

Độc lập - Tự do - Hạnh phúc

Số: 23/2006/QĐ-BCN

Hà Nội, ngày 14 tháng 7 năm 2006

QUYẾT ĐỊNH

Về việc ban hành Tiêu chuẩn ngành

LawSoft
THƯ VIỆN PHÁP LUẬT
www.ThuVienPhapLuat.Com

BỘ TRƯỞNG BỘ CÔNG NGHIỆP

Căn cứ Nghị định số 55/2003/NĐ-CP ngày 28 tháng 5 năm 2003 của Chính phủ quy định chức năng, nhiệm vụ, quyền hạn và cơ cấu tổ chức của Bộ Công nghiệp;

Căn cứ Pháp lệnh Chất lượng hàng hóa ngày 24 tháng 12 năm 1999;

Căn cứ Quyết định số 2264/1999/QĐ-BKHHCN&MT ngày 30 tháng 12 năm 1999 của Bộ Khoa học, Công nghệ và Môi trường (nay là Bộ Khoa học và Công nghệ) về việc ban hành các tiêu chuẩn;

Theo đề nghị của Vụ trưởng Vụ Khoa học, Công nghệ,

QUYẾT ĐỊNH:

Điều 1. Ban hành kèm theo Quyết định này 08 tiêu chuẩn ngành có số hiệu như sau:

16 TCN 978: 2006 đến 16 TCN 985: 2006

Các Tiêu chuẩn này được khuyến khích áp dụng đối với các cơ sở nghiên cứu, đào tạo và các doanh nghiệp sản xuất, kinh doanh trong phạm vi cả nước.

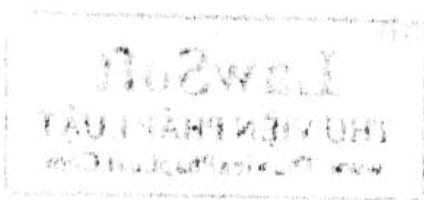
Điều 2. Quyết định này có hiệu lực thi hành sau 15 ngày, kể từ ngày đăng Công báo.

Vụ trưởng Vụ Khoa học, Công nghệ có trách nhiệm hướng dẫn thực hiện Quyết định này.

Điều 3. Chánh Văn phòng Bộ, Chánh Thanh tra Bộ, các Vụ trưởng, Cục trưởng thuộc Bộ, Thủ trưởng các cơ quan, đơn vị có liên quan chịu trách nhiệm thi hành Quyết định này./.

**KT. BỘ TRƯỞNG
THỨ TRƯỞNG**

Đỗ Hữu Hào



PHỤ LỤC

(Kèm theo Quyết định số 23/2006/QĐ-BCN ngày 14 tháng 7 năm 2006)

TT	Tên tiêu chuẩn	Số hiệu tiêu chuẩn
1	Quặng mangan - Lấy mẫu. Phần 1: Lấy mẫu đơn	16 TCN 978: 2006
2	Quặng mangan - Lấy mẫu. Phần 2: Chuẩn bị mẫu	16 TCN 979: 2006
3	Quặng và tinh quặng mangan - Xác định hàm lượng ẩm trong mẫu phân tích - Phương pháp khối lượng	16 TCN 980: 2006
4	Quặng mangan - Xác định hàm lượng ôxy hoạt tính biểu thị bằng mangan dioxit - Phương pháp chuẩn độ	16 TCN 981: 2006
5	Quặng và tinh quặng mangan - Xác định hàm lượng sắt - Phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa	16 TCN 982: 2006
6	Quặng và tinh quặng mangan - Xác định hàm lượng natri và kali - Phương pháp quang phổ phát xạ nguyên tử ngọn lửa	16 TCN 983: 2006
7	Quặng và tinh quặng mangan - Xác định hàm lượng canxi và magiê - Phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa	16 TCN 984: 2006
8	Quặng và tinh quặng mangan - Xác định hàm lượng nhôm, đồng, chì và kẽm - Phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa	16 TCN 985: 2006

Tiêu chuẩn ngành**16 TCN 978: 2006 - (ISO 4296/1: 1984)**

16 TCN 978: 2006**ISO 4296/1: 1984**

Ban hành lần 1

QUẶNG MANGAN - LẤY MẪU**PHẦN 1: LẤY MẪU ĐƠN****MANGANESE ORES - SAMPLING****PART 1: INCREMENT SAMPLING**

09673072

LawSoft * Tel: +84-8-3845 6684 * www.ThuVienPhapLuat.com



QUẶNG MANGAN - LẤY MẪU

PHẦN 1: LẤY MẪU ĐƠN

MANGANESE ORES - SAMPLING

PART 1: INCREMENT SAMPLING

QUẶNG MANGAN - LẤY MẪU

Phần 1: Lấy mẫu đơn

Manganese ores - Sampling

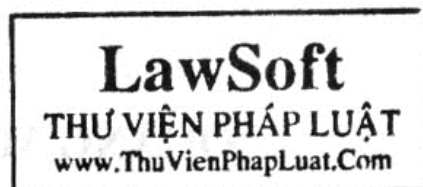
Part 1: Increment sampling

0. Giới thiệu

Tiêu chuẩn này bao gồm những phần sau:

Phần 1: Lấy mẫu đơn.

Phần 2: Chuẩn bị mẫu.



1. Phạm vi lĩnh vực áp dụng

Phần này của tiêu chuẩn quy định phương pháp lấy mẫu quặng mangan tiến hành tại nơi giao và nhận quặng để xác định thành phần hóa học và hàm lượng ẩm của chuyển hàng.

Phương pháp này được áp dụng cho cả hai cách lấy mẫu thủ công và cơ giới đối với tất cả quặng mangan nguyên khai hoặc đã xử lý.

Phương pháp lấy mẫu quặng chứa cục có kích thước lớn hơn 100 mm bằng xẻng và búa được nêu chi tiết ở phụ lục.

2. Tiêu chuẩn trích dẫn

ISO 3084, Quặng sắt - Các phương pháp thực nghiệm để đánh giá biến thiên chất lượng.

ISO 3085, Quặng sắt - Các phương pháp thực nghiệm để kiểm tra độ chính xác của việc lấy mẫu.

ISO 3086, Quặng sắt - Các phương pháp thực nghiệm để kiểm tra độ chệch của việc lấy mẫu.

16 TCN 979 - (ISO 4296/2), Quặng mangan - Lấy mẫu - Phần 2: Chuẩn bị mẫu.

3. Các định nghĩa

3.1. Lô: Một lượng quặng xác định đã được gia công hoặc chế biến trong những điều kiện để có được tính đồng nhất.

3.2. Chuyển hàng: Một lượng quặng được đưa đến trong một lần. Chuyển hàng có thể gồm một hoặc nhiều lô hoặc nhiều phần của nhiều lô.

3.3. Mẫu đơn:

1. Một lượng quặng lấy từ chuyến hàng trong một lần bằng một dụng cụ lấy mẫu.

2. Một lượng quặng lấy bằng phương pháp giản lược mẫu đơn.

3.4. Mẫu phụ:

1. Một lượng quặng bao gồm một số mẫu đơn lấy từ một phần chuyến hàng.

2. Mẫu gộp từ một số mẫu đơn đã được đập và giản lược độc lập.

3.5. Mẫu chung:

1. Lượng quặng bao gồm tất cả các mẫu đơn lấy từ chuyến hàng.

2. Tập hợp tất cả các mẫu đơn hoặc tất cả các mẫu phụ sau khi đã được đập và giản lược độc lập.

3.6. Mẫu giản lược: Mẫu nhận được bằng phương pháp giản lược.

3.7. Mẫu xác định ẩm: Mẫu lấy để xác định hàm lượng ẩm của chuyến hàng hoặc một phần chuyến hàng.

3.8. Mẫu phân tích hóa: Mẫu lấy để xác định các thành phần hóa học của chuyến hàng hoặc một phần chuyến hàng.

3.9. Mẫu cuối cùng: Bất kỳ mẫu nào để xác định độ ẩm hoặc thành phần hóa học được chuẩn bị từ từng mẫu đơn, mẫu phụ hoặc mẫu chung theo phương pháp quy định cho từng loại mẫu.

3.10. Kích thước hạt lớn nhất: Kích thước lỗ lưới để khoảng 5% khối lượng quặng mangan bị giữ lại.

3.11. Lấy mẫu phân lớp: Đối với chuyến hàng có thể chia thành nhiều lớp, việc lấy mẫu thực hiện theo cách lấy từng phần lượng mẫu với tỷ lệ quy định từ từng lớp khác nhau.

Chú thích: Lớp là phần của chuyến hàng được giản lược theo các tiêu chí cụ thể.

3.12. Lấy mẫu theo hệ thống chu kỳ: Lấy mẫu, trong đó các mẫu đơn được lấy từ chuyến hàng theo khoảng thời gian đều đặn.

3.13. Lấy mẫu hai công đoạn: Lấy mẫu được thực hiện bằng cách chọn đơn vị lấy mẫu (các xe tải, toa xe, contenơ lớn) và sau đó lấy các mẫu đơn một cách ngẫu nhiên từ từng đơn vị đã chọn.

4. Các quy tắc chung

Dưới đây là những quy tắc chung và bắt buộc đối với các bên.

4.1. Lấy mẫu được thực hiện bởi những người có chuyên môn do người mua và/hoặc người bán ủy quyền.

4.2. Lấy mẫu tốt nhất được thực hiện trong quá trình giao hàng ngay trước hoặc sau khi cân.

4.3. Việc lấy mẫu cần được thực hiện theo một phương pháp hệ thống với sự bắt đầu ngẫu nhiên. Việc lấy mẫu từ các toa xe cần được tiến hành bằng phương pháp hai công đoạn hoặc phương pháp phân lớp.

4.4. Khối lượng của các mẫu đơn được xác định theo kích thước hạt quặng lớn nhất để tránh gây ra độ chệch tại thời điểm gộp mẫu.

4.5. Số mẫu đơn lấy từ chuyên hàng được xác định theo sự biến thiên chất lượng quặng và độ chính xác theo yêu cầu của việc lấy mẫu.

4.6. Trong suốt quá trình lấy, mẫu phải được bảo vệ để tránh bất kỳ sự nhiễm bẩn nào.

4.7. Tất cả các phương pháp lấy mẫu nhất thiết không được gây ra độ chệch nào (*xem ISO 3086*).

4.8. Khi đã lấy đủ số mẫu đơn dự kiến trước khi kết thúc giao hàng, các mẫu đơn bổ sung được lấy theo cùng khoảng thời gian cho tới khi kết thúc giao hàng.

5. Các phương pháp lấy mẫu thông thường

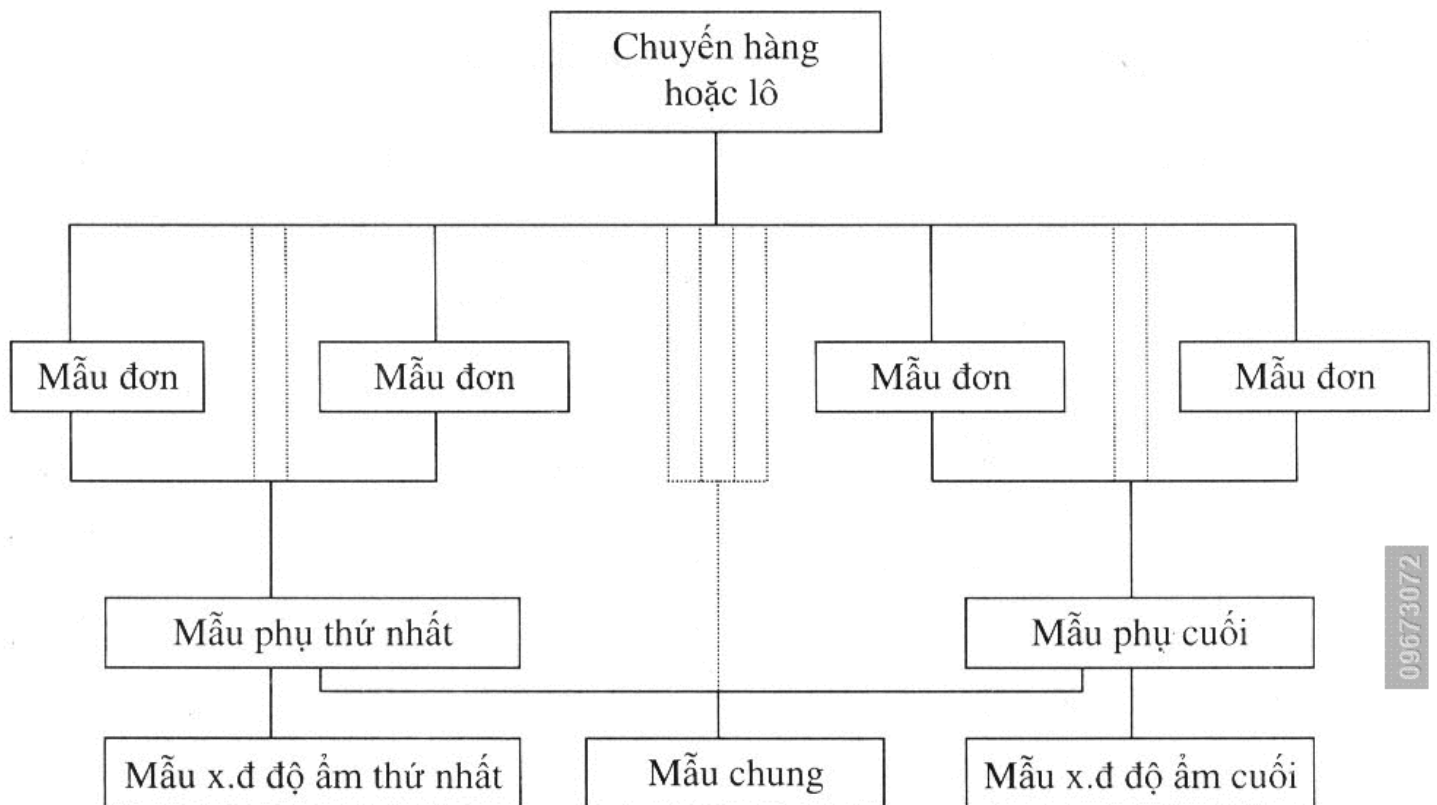
5.1. Quá trình lấy mẫu thông thường

Quá trình lấy mẫu thông thường như sau:

- a) Xác định chuyên hàng hoặc một phần chuyên hàng cần lấy mẫu;
- b) Xác định cỡ hạt lớn nhất;
- c) Xác định khối lượng mẫu đơn;
- d) Xác định sự biến thiên chất lượng của chuyên hàng (*xem ISO 3084*);
- e) Xác định số lượng mẫu đơn;

- f) Xác định điểm lấy mẫu, phương pháp lấy mẫu và nhập các mẫu đơn;
- g) Lấy mẫu chung hoặc mẫu phụ.

Chú thích: Nếu chuyển hàng là quặng có chất lượng khác nhau, cần chia chuyển hàng ra thành nhiều lô thích hợp, tiến hành lấy mẫu và đánh giá mức biến thiên chất lượng theo các lô.



Hình 1- Sơ đồ lấy mẫu

5.2. Sơ đồ lấy mẫu

Mẫu chung hoặc mẫu phụ sẽ được lấy theo mục 5.7. (xem hình 1).

5.3. Khối lượng mẫu đơn

5.3.1. Khối lượng tối thiểu của mẫu đơn khi lấy mẫu thủ công theo cỡ hạt lớn nhất, được quy định tại bảng 1.

Các mẫu đơn cần được lấy sao cho có khối lượng gần như đồng đều.

Chú thích: "Khối lượng gần như đồng đều" có nghĩa là sự biến thiên về khối lượng phải có hệ số biến thiên nhỏ hơn 20%.

Hệ số biến thiên (CV) được định nghĩa là tỷ số giữa độ lệch chuẩn σ và giá trị tuyệt đối trung bình số học \bar{m}_1 của khối lượng các mẫu đơn, tính bằng %:

$$\frac{\delta}{\bar{m}_1} \times 100 \quad (1)$$

Bảng 1 - Khối lượng mẫu đơn khi lấy mẫu thủ công

Kích thước hạt lớn nhất	Khối lượng tối thiểu của mẫu đơn
mm	kg
> 150	25
> 100 đến 150	13
> 50 đến 100	4
> 40 đến 50	3
> 30 đến 40	2
> 20 đến 30	1
> 10 đến 20	0,5
> 2,8 (3,0) đến 10	0,2

5.3.2. Khối lượng mẫu đơn, m_1 tính bằng kg lấy bằng dụng cụ cơ giới từ dòng quặng tỷ lệ thuận với tốc độ dòng của băng tải và khe cắt của dụng cụ lấy mẫu, và tỷ lệ nghịch với tốc độ cắt của dụng cụ lấy mẫu; có thể tính theo phương trình:

$$m_1 = \frac{q_m \times b}{3,6 \times v} \quad (2)$$

Trong đó: q_m tốc độ dòng quặng trên băng tải, tính bằng tấn trên giờ;

b khe cắt của dụng cụ lấy mẫu, tính bằng mét;

v là tốc độ cắt của dụng cụ lấy mẫu, tính bằng mét trên giây.

5.3.3. Khối lượng mẫu đơn lấy bằng phương pháp thủ công hay cơ giới có thể tăng theo sự thỏa thuận của các bên.

5.4. Phân loại sự biến thiên chất lượng

Mức biến thiên chất lượng, σ_w , là số đo tính không đồng nhất của chuyển hàng biểu thị một đặc tính riêng và được xác định bằng độ lệch chuẩn của những giá trị đo được từ những mẫu đơn riêng biệt trong các lớp của chuyển hàng, tính bằng phần trăm.

Khi chuyển hàng được cung cấp bằng toa xe (các xe tải hoặc container lớn), có thể có hai dạng biến thiên: biến thiên ngay trong toa (xe tải hoặc container), σ_w ; và biến thiên giữa các toa (xe tải hoặc container), σ_b . Trong trường hợp này thì lấy giá trị lớn hơn trong hai giá trị σ_w và σ_b làm cơ sở để phân loại. Phân loại mức biến thiên chất lượng đưa ra trong bảng 2.

Bảng 2 - Phân loại mức biến thiên chất lượng

Mức biến thiên chất lượng	Độ lệch chuẩn hàm lượng mangan
	%
Lớn	$\sigma_w > 2,0$ hoặc $\sigma_b > 2,0$
Trung bình	$2,0 > \sigma_w > 1,0$ hoặc $2,0 > \sigma_b > 1,0$
Nhỏ	$\sigma_w < 1,0$ hoặc $\sigma_b < 1,0$

Những mức biến thiên chất lượng được xác định bằng thực nghiệm trên một vài chuyển hàng. Tất cả quặng chưa biết mức biến thiên chất lượng đều được coi là có mức biến thiên chất lượng "lớn". Mức biến thiên chất lượng được xác định theo ISO 3084.

5.5. Độ chính xác lấy mẫu và độ chính xác toàn phần

Phần này của tiêu chuẩn 16 TCN 978 - (ISO 4296/1) và 16 TCN 979 - (ISO 4296/2) được thiết lập để có độ chính xác lấy mẫu, β_s , được chỉ ra ở bảng 3.

Độ chính xác lấy mẫu là một phần của độ chính xác toàn phần, β_{SDM} . Độ chính xác toàn phần thực tế được dựa vào sự chuẩn bị mẫu theo 16 TCN 979-(ISO 4296/2) và phép đo được tiến hành theo những phương pháp có trong những tiêu chuẩn tương ứng.

Độ chính xác toàn phần được định nghĩa là giá trị trung bình của đặc tính chất lượng chuyển hàng với xác suất 95%.

Độ chính xác lấy mẫu có nghĩa là ở mức độ trung bình trong 95% trường hợp hàm lượng mangan của mẫu chung không khác với kết quả phân tích chuyên hàng hơn $\beta_s\%$. β_s là số đo độ chính xác lấy mẫu và bằng 2 lần độ lệch chuẩn lấy mẫu, tính bằng phần trăm tuyệt đối.

β_{SDM} là số đo độ chính xác toàn phần của lấy mẫu, giản lược mẫu và phân tích mẫu, và bằng 2 lần độ lệch chuẩn của toàn bộ quá trình lấy mẫu, giản lược mẫu và phân tích mẫu, tính bằng phần trăm tuyệt đối. Độ chính xác của mẫu được kiểm tra theo ISO 3085.

5.6. Số mẫu đơn

5.6.1. Theo lý thuyết lấy mẫu phân lớp, trong trường hợp lấy mẫu hệ thống, số mẫu đơn, n_1 , được tính theo phương trình sau:

$$n_1 = \left[\frac{2\sigma_w}{\beta_s} \right]^2 \quad (3)$$

Trong đó:

- σ_w là độ lệch chuẩn giữa các lớp, biểu thị bằng phần trăm tuyệt đối;
- β_s là độ chính xác lấy mẫu 2σ , tính bằng phần trăm tuyệt đối;
- 2 là hệ số xác suất liên quan đến 2σ (khoảng 95%).

5.6.2. Số mẫu đơn tối thiểu, n_1 , lấy từ chuyên hàng để có độ chính xác cần thiết của lấy mẫu tính theo phương trình (3) và được nêu trong bảng 3 theo khối lượng chuyên hàng và phân loại mức biến thiên chất lượng.

Số mẫu đơn có thể tăng theo sự thỏa thuận của các bên, ví dụ khi có yêu cầu độ chính xác cao.

5.6.3. Trong trường hợp lấy mẫu theo hai công đoạn, số mẫu đơn được tính theo 7.3.2.1.

Bảng 3 - Số mẫu đơn tối thiểu, n_1 , và độ chính xác lấy mẫu phụ thuộc vào mức biến thiên chất lượng (Mn%).

Khối lượng chuyên hàng (t)	Độ chính xác lấy mẫu, β_s	Số mẫu đơn ¹⁾ theo mức biến thiên chất lượng		
		Lớn	Trung bình	Nhỏ
> 30 000 đến 45 000	0,35	170	100	19
> 15 000 đến 30 000	0,37	150	90	17

Khối lượng chuyển hàng (t)	Độ chính xác lấy mẫu, β_s	Số mẫu đơn ¹⁾ theo mức biến thiên chất lượng		
		Lớn	Trung bình	Nhỏ
> 5 000 đến 15 000	0,39	135	85	15
> 2 000 đến 5 000	0,42	115	70	13
> 1 000 đến 2 000	0,46	100	60	11
> 500 đến 1 000	0,55	70	45	8
< 500	0,70	40	25	5

¹⁾ Số mẫu đơn được tính như sau: biến thiên lớn, $\sigma_w = 2,25 \%$; biến thiên trung bình, $\sigma_w = 1,75 \%$; biến thiên nhỏ, $\sigma_w = 0,75 \%$.

5.7. Phương pháp lập mẫu chung

5.7.1. Tất cả những mẫu đơn riêng biệt hoặc các mẫu phụ đều có thể gộp lại tạo thành mẫu chung.

Nếu có yêu cầu độ chính xác cao hơn thì phải kiểm tra từng mẫu đơn độc lập theo thỏa thuận của các bên liên quan.

5.7.2. Khi chuyển hàng có khối lượng lớn và cần nhiều thời gian cho việc bốc và dỡ hàng thì sẽ được chia thành nhiều phần và lấy mẫu phụ trên những phần này. Số lượng tối thiểu của các phần trên chuyển hàng phụ thuộc vào khối lượng chuyển hàng và được xác định theo bảng 4.

Bảng 4 - Số phần tối thiểu của chuyển hàng

Khối lượng chuyển hàng (t)	Số phần tối thiểu của chuyển hàng
> 30 000 đến 45 000	5
> 15 000 đến 30 000	3
> 5 000 đến 15 000	2
< 5 000	1

6. Dụng cụ

6.1. Lấy mẫu cơ giới

Dụng cụ lấy mẫu cơ giới (xẻng quay, gầu, cát mẫu v.v...) cần thỏa mãn yêu cầu sau:

a) Dụng cụ lấy mẫu chuyên động đều để cắt ngang hoàn toàn dòng chảy;

b) Dung lượng của dụng cụ lấy mẫu đủ lớn để lấy trọn một mẫu đơn trong một lần và chiếm không quá hai phần ba thể tích của nó;

c) Độ mở hiệu dụng của dụng cụ lấy mẫu cần có kích thước ít nhất gấp ba lần kích thước hạt lớn nhất của quặng;

d) Dụng cụ lấy mẫu được thiết kế sao cho dễ làm sạch và dễ kiểm tra.

6.2. Lấy mẫu thủ công

Những dụng cụ sau thường được dùng:

a) Xẻng (xem hình 2 và bảng 5);

b) Búa có khối lượng từ 400 đến 900 g;

c) Ống xọc mẫu (Hình 3).

Chú thích: Ống xọc mẫu là một đoạn ống có chiều dài 250 mm gắn cán gỗ. Ống có thể để nguyên hoặc có hai khe. Đoạn cuối của ống có một vòng khóa. Tại vị trí cách đầu cuối của ống 140 mm gắn một góc nhọn để gõ cho mẫu rơi ra khỏi ống. Ống xúc kiểu xẻng được làm từ ống cắt đi một nửa. Đầu nhọn có hình nón để đâm vào quặng và được ngăn cách với khoang chính bằng vách hàn phía trong ống.

d) Khung lấy mẫu.

Bảng 5 - Kích thước xẻng lấy mẫu đơn.

Kích thước hạt lớn nhất (mm)	Số ký hiệu xẻng	Kích thước xẻng (mm)				
		a	b	c	d	e
> 50 đến 100	100	250	110	250	220	100
> 40 đến 50	50	150	75	150	130	65
> 31,5 (30) đến 40	40	110	65	110	95	50
> 22,4 (20) đến 31,5 (30)	30	90	50	90	80	40
> 10 đến 22,4 (30)	20	80	45	80	70	35
> 2,8 (3,0) đến 10	10	60	35	60	50	25
≤ 2,8 (3,5)	3	40	25	40	30	15

Chú thích: Có thể dùng các dụng cụ lấy mẫu khác, bao gồm các dụng cụ cơ giới để lấy mẫu đơn. Các dụng cụ này cần có kích thước miệng tối thiểu tương ứng với c và trong trường hợp lớn hơn 100 mm thì phải gấp ba lần kích thước hạt lớn nhất. Dung tích của dụng cụ lấy mẫu trong phạm vi lấy mẫu hiệu quả cần đủ lớn để chứa được ít nhất hai lần khối lượng tối thiểu của mẫu đơn theo bảng 1.

7. Phương pháp lấy mẫu

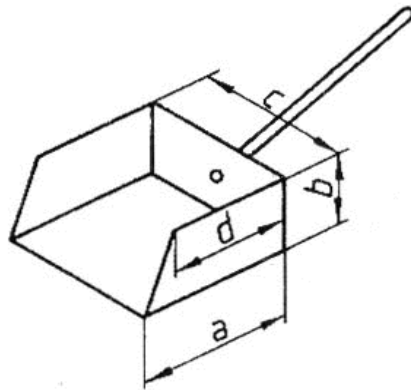
7.1. Lấy mẫu cơ giới

Về nguyên tắc mẫu cần được lấy bằng các phương pháp cơ giới.

7.1.1. Lấy mẫu quặng trong khi bốc hoặc dỡ từ các toa xe, tàu thủy, kho, bunke và khi chất đống bằng dụng cụ bốc dỡ liên tục, được tiến hành bằng dụng cụ lấy mẫu cơ giới tại điểm đổ dòng quặng từ phương tiện này sang phương tiện khác theo một khoảng thời gian hay khối lượng nhất định.

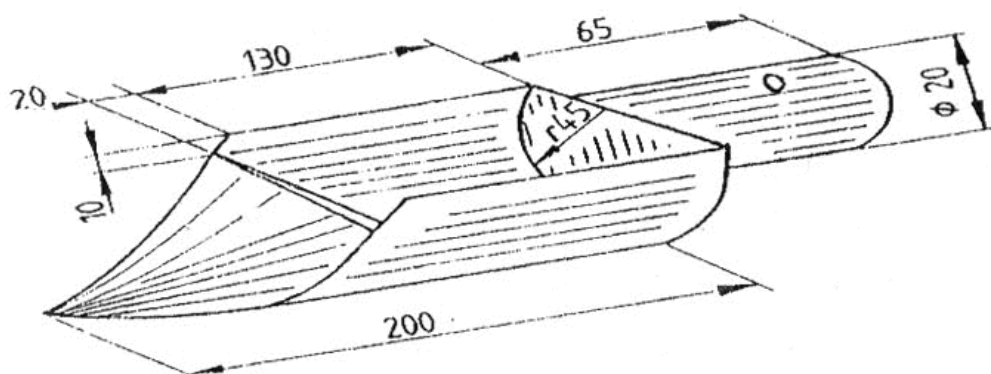
7.1.2. Số lần cắt để lấy mẫu chung bằng dụng cụ cơ giới không ít hơn số lượng mẫu đơn yêu cầu.

7.1.3. Khoảng cách giữa các lần lấy mẫu đơn từ chuyến hàng được xác định theo khối lượng hoặc theo thời gian và không được thay đổi trong suốt quá trình lấy mẫu của một chuyến hàng.



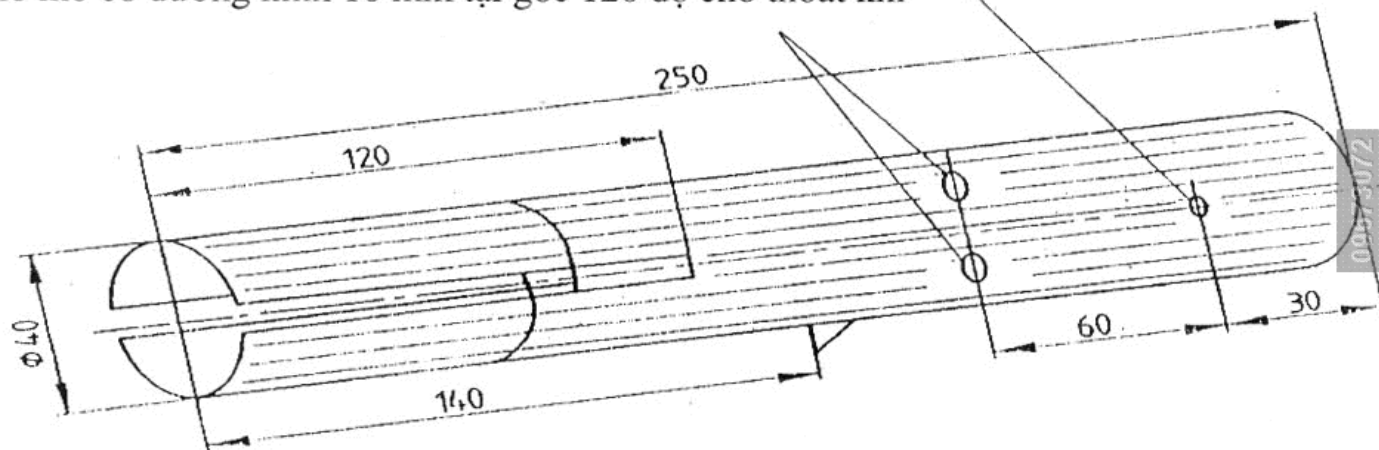
Hình 2 - Xẻng lấy mẫu đơn

Kích thước tính bằng mm



Lỗ vận ốc định vị tay cầm

3 lỗ mở có đường kính 10 mm tại góc 120 độ cho thoát khí



Hình 3- Ống xọc mẫu đơn

7.1.4. Khoảng khối lượng giữa các lần lấy mẫu đơn, Δm , tính bằng tấn, thỏa mãn điều kiện sau:

$$\Delta m < \frac{m_2}{n_1} \quad (4)$$

Trong đó: n_1 là số mẫu đơn yêu cầu;

m_2 là khối lượng của chuyển hàng, tính bằng tấn.

7.1.5. Khoảng thời gian giữa các lần lấy mẫu đơn, Δt , tính bằng phút, thỏa mãn điều kiện sau:

$$\Delta t = \frac{60 \times m_2}{q_{m.\max} \times n_1} \quad (5)$$

Trong đó: m_2 là khối lượng chuyển hàng, tính bằng tấn;
 $Q_{m.\max}$ là tốc độ dòng quặng lớn nhất của băng tải, tính bằng tấn trên giờ;
 n_1 là số mẫu đơn yêu cầu.

7.2. Lấy mẫu theo phương pháp dùng băng tải

Khi lấy mẫu theo phương pháp dùng băng tải, khung lấy mẫu được đặt khít vào bề rộng băng tải và tất cả hạt quặng nằm trong khung được gom vào hộp chứa mẫu. Những hạt quặng chặn khung lấy mẫu lệch về phía trong thì lấy vào hộp chứa mẫu đơn, còn lệch về phía ngoài khung thì bỏ ra.

Chú thích: Mẫu đơn cần được lấy tại phần cắt ngang toàn bộ dòng quặng và có chiều dài ít nhất gấp ba lần kích thước hạt lớn nhất của quặng.

7.3. Lấy mẫu thủ công

Lấy mẫu thủ công chỉ được dùng khi không thể áp dụng được lấy mẫu cơ giới.

7.3.1. Phương pháp lấy mẫu đơn

7.3.1.1. Khi lấy mẫu thủ công, quặng có kích thước hạt nhỏ hơn 100 mm thì dùng xẻng để lấy mẫu đơn. Nếu cần thiết, tại vị trí lấy mẫu đơn, đào một hố sâu 0,5 - 1 m và lấy mẫu đơn bằng cách di chuyển xẻng theo chiều thẳng đứng dọc theo thành hố từ dưới lên trên. Không nên lấy quặng từ đáy hố. Chú ý cẩn thận để tránh quặng tràn qua thành xẻng.

7.3.1.2. Lấy mẫu quặng có kích thước hạt nhỏ hơn 20 mm có thể sử dụng xẻng hoặc ống xọc lấy mẫu. Ống xọc được trích vào quặng hết toàn bộ chiều dài mà không ảnh hưởng đến toàn bộ hạt quặng. Trong quá trình lấy mẫu, quặng không được tràn ra khỏi ống. Mẫu được rót ra khỏi ống bằng khóa ở miệng ống.

7.3.1.3. Đối với cục quặng lớn hơn 100 mm, cùng với việc lấy mẫu bằng xẻng (xem bảng 5), có thể sử dụng phương pháp búa và xẻng để lấy mẫu đơn (xem phụ lục).

7.3.2. Lấy mẫu từ các toa xe (lấy mẫu phân lớp)

Khi số lượng các toa xe của cùng một loại hàng hóa không nhiều hơn số mẫu đơn, cần lấy theo bảng 3, có thể lấy các mẫu đơn từ từng toa xe.

Số mẫu đơn cần lấy trong từng toa xe của chuyến hàng, n_2 , được tính theo phương trình:

$$n_2 = \frac{n_1}{n_3} \quad (6)$$

Trong đó:

n_1 là số mẫu đơn trong bảng 3 tùy theo khối lượng chuyến hàng;

n_3 là số toa xe của chuyến hàng.

Kết quả được làm tròn đến số nguyên lớn hơn.

Trong trường hợp các toa xe có chứa khối lượng hàng hóa khác nhau, số mẫu đơn được xác định tỷ lệ tương ứng với khối lượng chứa trong đó.

7.3.3. Lấy mẫu từ toa xe được lựa chọn (lấy mẫu hai công đoạn)

Khi số lượng toa xe của cùng loại hàng hóa lớn hơn số mẫu đơn cần lấy theo bảng 3, việc lấy mẫu đơn sẽ tiến hành theo cách chọn các toa xe. Sau đó các mẫu đơn sẽ được lấy ngẫu nhiên trong từng toa xe được chọn.

7.3.3.1. Số toa xe tối thiểu cần chọn:

Số toa xe cần chọn trong công đoạn thứ nhất để lấy mẫu, n_4 , được tính theo phương trình:

$$n_4 = \frac{n_3 \cdot \sigma_b^2 + [(n_3 - 1) \times \sigma_w^2] / n_2}{(n_3 - 1) \times (\beta_s / 2)^2 + \sigma_b^2} \quad (7)$$

Trong đó:

n_2 là số mẫu đơn lấy từ mỗi toa xe đã chọn ở công đoạn thứ hai trong quá trình lấy mẫu;

n_3 là số toa xe của chuyến hàng;

σ_b là độ lệch chuẩn giữa các toa xe, tính bằng phần trăm tuyệt đối;

σ_w là độ lệch chuẩn trong từng toa xe, tính bằng phần trăm tuyệt đối;

β_s là độ chính xác lấy mẫu 2- σ , tính bằng phần trăm tuyệt đối;

2 là hệ số xác suất liên quan đến 2- σ (khoảng 95%).

Khi giá trị của σ_w và σ_b được phân loại theo mức độ lớn, trung bình và nhỏ của biên thiên chất lượng như ở bảng 2, thì bảng 6 sẽ được sử dụng để tính số toa xe tối thiểu cần chọn cho chuyến hàng cụ thể.

Khi khối lượng toa xe không phải là 60 tấn, thì số toa xe cần chọn là n_5 được tính theo phương trình:

$$n_5 = n_4 \cdot \sqrt{\frac{60}{m_3}} \quad (8)$$

Trong đó: m_3 là dung lượng toa xe, tính bằng tấn.

7.3.3.2. Số mẫu đơn lấy từ mỗi toa xe được chọn

Cần lấy bốn mẫu đơn từ mỗi toa xe được chọn. Khi dung lượng của từng toa xe không phải là 60 tấn, số mẫu đơn lấy từ mỗi toa xe, n_6 , được tính theo phương trình:

$$n_6 = 4 \cdot \sqrt{\frac{m_3}{60}} \quad (9)$$

Trong đó: m_3 là dung lượng toa xe, tính bằng tấn.

Kết quả nhận được giữ nguyên hàng đơn vị, bỏ phần thập phân.

Bảng 6 - Số toa xe tối thiểu cần chọn, n_4 , đối với quãng mangan

Khối lượng chuyến hàng (t)	Số toa xe chứa hàng hoá	Phân loại kiểm tra chất lượng	Số toa xe tối thiểu được chọn, n_4			Độ chính xác lấy mẫu β_s	
			σ_w	Lớn	Trung bình		Nhỏ
> 30 000 đến 45 000	750	Lớn		170	157	140	0,35
		Trung bình		125	111	95	
		Nhỏ		59	43	23	
> 15000 đến 30 000	500	Lớn		143	132	118	0,37
		Trung bình		108	95	80	
		Nhỏ		52	38	20	

Khối lượng chuyển hàng (t)	Số toa xe chứa hàng hoá	Phân loại kiểm tra chất lượng	Số toa xe tối thiểu được chọn, n_4			Độ chính xác lấy mẫu β_s
			σ_b / σ_w	Lớn	Trung bình	
> 5 000 đến 15 000	250	Lớn Trung bình Nhỏ	109 87 46	101 77 33	90 64 18	0,39
> 2 000 đến 5 000	84	Lớn Trung bình Nhỏ	61 54 36	56 48 27	50 40 14	0,42
> 1 000 đến 2 000	34	Lớn Trung bình Nhỏ	32 31 27	29 27 20	26 23 11	0,46
> 500 đến 1 000	17	Lớn Trung bình Nhỏ	17 17 17	16 15 13	14 13 7	0,55
≤ 500	9	Lớn Trung bình Nhỏ	9 9 9	9 9 8	8 7 4	0,70

Chú thích: Số toa xe lựa chọn được tính theo các điều kiện sau:

a) biến thiên chất lượng biểu thị theo hàm lượng mangan (σ_b hoặc σ_w); lớn, 2,25%; trung bình, 1,75%; nhỏ, 0,75%.

b) dung lượng của toa xe, $m_3 = 60$ tấn.

c) số mẫu đơn lấy từ mỗi toa xe được chọn, $n_2 = 4$.

7.3.4. Vị trí lấy mẫu đơn từ các toa xe

Các điểm lấy mẫu có vị trí cách thành toa xe không nhỏ hơn 0,5 m. Minh họa về các điểm lấy mẫu được chỉ ra ở hình 4.

7.3.5. Lấy mẫu từ đồng quặng

Lấy mẫu từ đồng quặng được thực hiện phụ thuộc độ cao của lớp quặng. Việc lấy mẫu quặng trong những đồng cao dưới 1,5 m được thực hiện như sau. Toàn bộ

bề mặt của đồng hoặc một phần để lấy mẫu chia thành những hình vuông có số lượng tương đương với số mẫu đơn cần lấy.

Lấy mẫu từ đồng quặng cao hơn 1,5 m sẽ thực hiện bằng gầu xúc hoặc lấy theo từng lớp.

7.3.6. Số contenơ được lấy mẫu

Trong quá trình bốc dỡ quặng bằng biện pháp xúc đẩy và đổ ra theo chu kỳ (gầu, xô, thùng v.v..), các mẫu đơn sẽ được lấy thủ công hoặc là ở bề mặt mới lộ ra khi bốc dỡ, hoặc từ quặng được đổ ra sàn phẳng không có hồ. Số contenơ được lấy mẫu không ít hơn số lượng cần thiết của mẫu đơn.

Khoảng cách lấy mẫu biểu thị bằng số containơ (*gầu xúc v.v...*), Δn , được tính theo phương trình:

$$\Delta n = \frac{m_2}{m_4 \times n_1} \quad (10)$$

Trong đó:

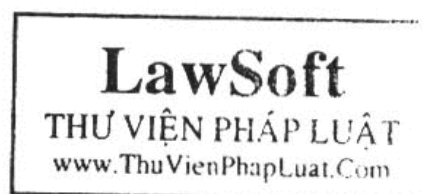
m_2 là khối lượng chuyển hàng, tính bằng tấn;

m_4 là khối lượng quặng trong một lần xúc bằng gầu, tính bằng tấn;

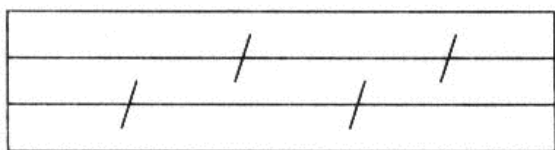
n_1 là số mẫu đơn cần thiết.

7.3.7. An toàn.

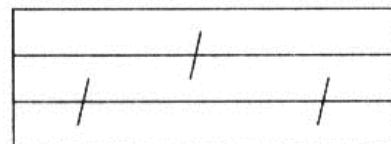
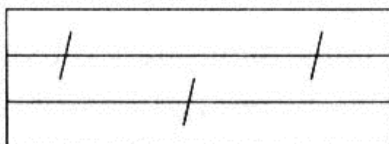
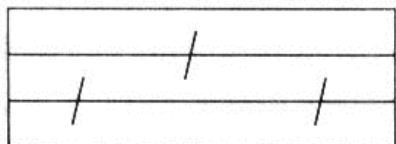
Việc lấy mẫu cần tiến hành cẩn thận phù hợp với tiêu chuẩn an toàn hiện hành.



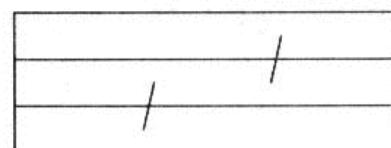
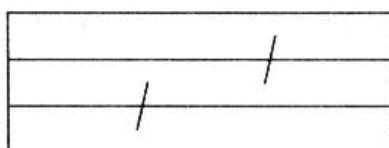
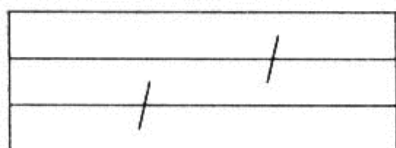
Khi lấy 4 mẫu đơn



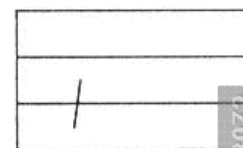
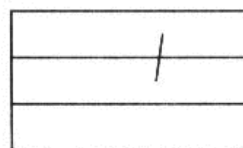
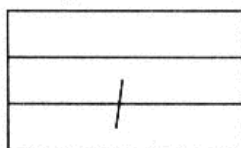
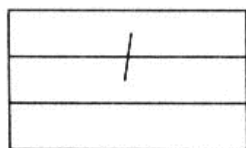
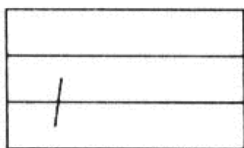
Khi lấy 3 mẫu đơn



Khi lấy 2 mẫu đơn



Khi lấy 1 mẫu đơn



Hình 4 - Minh họa vị trí lấy mẫu đơn từ toa xe

0967.1072

PHỤ LỤC

Phương pháp dùng búa và xẻng

Phương pháp búa và xẻng được sử dụng để lấy mẫu quặng có kích thước cục lớn hơn 100 mm.

Các mẫu đơn được lấy bằng búa và xẻng khi đập thành các cục đại diện. Từ những cục to không đồng nhất, một số lớn những mảnh vỡ nhỏ hơn sẽ được lấy từ những mảnh vỡ đồng đều. Tổng khối lượng cục nhỏ sẽ là 4 kg và tương ứng với khối lượng cục lớn của quặng được lấy mẫu. Điều này có thể nhận biết bằng quan sát hoặc theo kinh nghiệm.

Quặng lấy từ cục nhỏ và lớn tại một vị trí tạo nên một mẫu đơn. Các mẫu đơn lấy được sẽ cho vào thùng có nắp đậy hoặc hòm chứa.

Tiêu chuẩn ngành**16 TCN 979: 2006 - (ISO 4296/2)**

16 TCN 979: 2006**ISO 4296/2**

Ban hành lần 1

QUẶNG MANGAN - LẤY MẪU**PHẦN 2: CHUẨN BỊ MẪU****MANGANESE ORES - SAMPLING****PART 2: PREPARATION OF SAMPLES**

09673072

LawSoft * Tel: +84-8-3845 6684 * www.ThuVienPhapLuat.com

HÀ NỘI - 2006

QUẶNG MANGAN - LẤY MẪU

PHẦN 2: CHUẨN BỊ MẪU

MANGANESE ORES - SAMPLING PART 2: PREPARATION OF SAMPLES

QUẶNG MANGAN - LẤY MẪU

Phần 2: Chuẩn bị mẫu

Manganese ores - Sampling

Part 2: Preparation of samples

0. Giới thiệu

Tiêu chuẩn này bao gồm những phần sau:

Phần 1: Lấy mẫu đơn

Phần 2: Chuẩn bị mẫu

1. Phạm vi và lĩnh vực áp dụng

Phần này của tiêu chuẩn 16 TCN 978:2006 - (ISO 4296/1) và 16 TCN 979:2006 - (ISO 4296/2) miêu tả phương pháp chuẩn bị mẫu quặng mangan để xác định thành phần hóa học và hàm lượng ẩm của chuyển hàng. Phương pháp này có thể áp dụng cho tất cả quặng mangan nguyên khai hoặc đã xử lý.

Chi tiết hộp chia mẫu được ghi ở phụ lục.

2. Tiêu chuẩn trích dẫn

ISO 565, Bộ rây thử nghiệm - Lưới kim loại, tấm đục lỗ và tạo hình bằng điện - kích thước lỗ rây chuẩn.

16 TCN 978: 2006 - (ISO 4296/1), Quặng mangan - Lấy mẫu - phần 1: Lấy mẫu đơn.

ISO 4299, Quặng mangan - Xác định hàm lượng ẩm.

3. Các định nghĩa

3.1. Lô: Một lượng quặng xác định đã được gia công hoặc chế biến trong những điều kiện để có được tính đồng nhất.

3.2. Chuyển hàng: Một lượng quặng được đưa đến trong một lần. Chuyển hàng có thể gồm một hoặc nhiều lô hoặc nhiều phần của nhiều lô.

3.3. Mẫu đơn:

1. Một lượng quặng lấy trong một lần từ một chuyển hàng.

2. Một lượng quặng lấy bằng phương pháp giản lược mẫu đơn.

3.4. Mẫu phụ:

1. Một lượng quặng bao gồm một số mẫu đơn lấy từ một phần chuyên hàng.
2. Mẫu gộp từ một số mẫu đơn đã được đập và giản lược độc lập.

3.5. Mẫu chung:

1. Lượng quặng bao gồm tất cả mẫu đơn lấy từ chuyên hàng.
2. Tập hợp tất cả các mẫu đơn hoặc tất cả các mẫu phụ sau khi đã được đập và giản lược độc lập.

3.6. Mẫu giản lược: Mẫu nhận được bằng phương pháp giản lược.

3.7. Mẫu xác định ẩm: Mẫu lấy để xác định hàm lượng ẩm của chuyên hàng hoặc một phần chuyên hàng.

3.8. Mẫu phân tích hoá: Mẫu lấy để xác định các thành phần hóa học của chuyên hàng hoặc một phần chuyên hàng.

3.9. Mẫu cuối cùng: Bất kỳ mẫu nào để xác định độ ẩm hoặc thành phần hóa học được chuẩn bị từ từng mẫu đơn, mẫu phụ hoặc mẫu chung theo phương pháp quy định cho từng loại mẫu.

3.10. Kích thước lọt sàng hoàn toàn: Kích thước lỗ lưới để 100% mẫu lọt qua, tính bằng mm.

4. Các quy tắc chung

4.1. Mẫu cho từng phép xác định được lấy theo *16 TCN 978: 2006 - (ISO 4296/1)*.

4.2. Mẫu để xác định hàm lượng ẩm và thành phần hóa học được chuẩn bị riêng biệt. Hàm lượng ẩm cần xác định ngay.

4.3. Trước và trong khi chuẩn bị, mẫu đơn và mẫu chung cần được bảo quản tránh nhiễm bẩn và ảnh hưởng của thời tiết.

4.4. Việc giản lược được thực hiện bằng phương pháp đã biết sao cho có độ chênh nhỏ nhất và độ chính xác quy định trong phần này của *16 TCN 979: 2006 - (ISO 4296/2)*.

4.5. Khi mẫu quá ướt hoặc dính và không tiến hành chuẩn bị mẫu được, cần phải làm khô sơ bộ mẫu. Hàm lượng ẩm của mẫu khi làm khô sơ bộ có thể xác định theo *ISO 4299*.

4.6. Thiết bị cơ giới gia công mẫu được đặt gần những thiết bị lấy mẫu nhất.

4.7. Mẫu lấy bằng phương pháp thủ công cần có nhãn với thông tin sau:

- a) Số hiệu mẫu;
- b) Khối lượng của mẫu;
- c) Kích thước hạt quặng lớn nhất;
- d) Ngày tháng lấy mẫu;
- e) Tên chuyên hàng.

Mẫu sẽ được chuyển tới nơi chuẩn bị mẫu.

5. Thiết bị, dụng cụ

Thiết bị và dụng cụ sau được sử dụng để chuẩn bị mẫu

5.1. Máy đập và máy nghiền phù hợp với kích thước và độ cứng của cục quặng để tránh cho quặng bị nóng và mất ẩm trong khi đập.

5.2. Rây và sàng, phù hợp với tiêu chuẩn *ISO 565*.

5.3. Dụng cụ chia mẫu bằng cơ giới và thủ công (*máng chia mẫu, vv...*).

5.4. Tủ sấy, có thể điều chỉnh nhiệt độ từ 105 đến 110⁰ C.

5.5. Cân kỹ thuật.

5.6. Xẻng lấy mẫu.

Chú thích: Cần có quy định để đề phòng nhiễm bẩn từ thiết bị.

6. Chuẩn bị mẫu

6.1. Chuẩn bị mẫu xác định ẩm

6.1.1. Mẫu xác định độ ẩm luôn được bảo quản trong bình kín nhằm tránh bốc hơi ẩm nếu việc chuẩn bị mẫu không được tiến hành ngay.

6.1.2. Sau khi đập đến - 22,4 mm, (- 20 mm) hoặc - 10 mm, trộn thật kỹ từng mẫu đơn, từng mẫu phụ hoặc mẫu chung và mẫu xác định độ ẩm cuối cùng cần lấy là 5 hoặc 1 kg tương ứng.

6.1.3. Nếu quặng cần làm khô sơ bộ, thì lấy mẫu xác định độ ẩm trước khi làm khô sơ bộ.

6.1.4. Mẫu xác định ẩm nên được chuẩn bị bằng phương pháp giản lược mẫu đơn để tránh bốc ẩm.

Có thể sử dụng bất kỳ phương pháp nào khác, nếu thấy rằng phương pháp đó không gây ra độ chệch đối với kết quả.

6.1.5. Hàm lượng ẩm được xác định theo *ISO 4299*.

6.2. Chuẩn bị mẫu phân tích hóa

6.2.1. Mỗi một mẫu đơn, mẫu phụ hoặc mẫu chung cần được nghiền đến cỡ hạt - 0,1 mm tương ứng với bảng 1 và tuân theo quá trình chuẩn bị mẫu đã được chấp nhận.

Trước khi lập mẫu chung, cần giảm lược từng mẫu đơn hoặc mẫu phụ độc lập, và lập mẫu chung bằng cách gộp khối lượng tương ứng tỷ lệ với khối lượng của các mẫu đơn hoặc mẫu phụ.

Từ mẫu này lấy ra 4 mẫu phân tích, mỗi mẫu có khối lượng 50 g hoặc nhiều hơn theo phương pháp giảm lược mẫu đơn hoặc bằng bất kỳ phương pháp chia mẫu nào nếu thấy phương pháp đó không gây ra độ chệch đối với kết quả. Mẫu được giao cho người bán, người mua, người làm chứng, và còn một mẫu được giữ lại làm mẫu lưu. Mẫu lưu cần được giữ trong 6 tháng. Khối lượng mẫu cuối cùng có thể tăng lên nếu có sự thỏa thuận giữa các bên đối tác.

6.2.2. Mẫu phân tích cuối cùng được bảo quản trong bao bì phù hợp, có gắn nhãn theo mục 8 và chuyển cho phân tích hóa. Trong hình 1 mô tả một ví dụ về quá trình chuẩn bị mẫu.

7. Giảm lược mẫu

7.1. Khối lượng tối thiểu của mẫu

Khối lượng tối thiểu của mẫu theo kích thước lọt sàng hoàn toàn sau khi giảm lược mẫu bằng bất kỳ phương pháp nào được quy định ở bảng 1.

Bảng 1. Khối lượng tối thiểu của mẫu sau khi giảm lược

Kích thước lọt sàng hoàn toàn			Khối lượng tối thiểu của mẫu
mm			Kg
> 16 (15)	đến	22,4 (20)	45
> 10	đến	16 (15)	25
> 5	đến	10	10
> 2,8 (3,0)	đến	5	3
> 1,0	đến	2,8 (3,0)	2
> 0,5	đến	1,0	1
> 0,1	đến	0,5	0,4
< 0,1			0,2

7.2. Các phương pháp giản lược

7.2.1. Khi giản lược mẫu, tiến hành theo các quá trình sau:

- a) Hình nón và chia tư;
- b) Giản lược bằng hộp chia mẫu;
- c) Phương pháp giản lược mẫu đơn;
- d) Giản lược bằng dụng cụ cơ giới.

7.2.2. Phương pháp hình nón và chia tư có thể áp dụng cho quặng có kích thước bất kỳ.

Trên một mặt phẳng, trộn mẫu bằng cách vun thành đồng hình nón. Để tạo chóp nón, xúc từng xẻng đầy đổ lên đỉnh, chú ý đổ cẩn thận lên đỉnh cao nhất của nón.

Làm hai lần tương tự như vậy để tạo đồng hình nón mới. Cẩn thận xúc quanh đồng mẫu và chuyển toàn bộ thành đồng mới. Đồng thứ ba này sẽ được ép phẳng thành dạng đĩa, đều về đường kính cũng như độ dày.

Sau đó cắt quặng thành bốn phần bằng dao cắt chữ thập chuyên dùng. Hai phần chéo nhau được gộp lại và đập theo bảng 1, hai phần kia bỏ đi.

7.2.3. Giản lược quặng có kích thước nhỏ hơn 22,4 mm (20) bằng hộp chia mẫu.

Hộp chia mẫu được chọn theo cỡ lọt sàng hoàn toàn của quặng (*xem bảng 2 và phụ lục*).

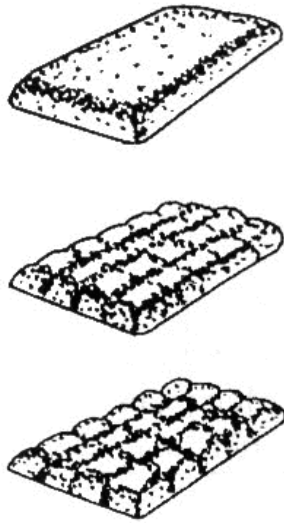
Sau khi trộn đều, cho mẫu vào hộp chứa và giản lược thành hai phần, bằng cách lắc nhẹ và đổ đều vào chính giữa hộp chia mẫu.

Một trong hai phần được lấy ngẫu nhiên và không giản lược tiếp nữa khi mẫu có khối lượng như ở bảng 1.

Bảng 2 - Kích thước hộp chia mẫu

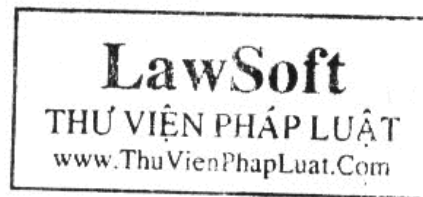
Kích thước lọt sàng hoàn toàn		Kích thước khe máng	Số hiệu hộp chia mẫu
mm		mm	
> 16 (15)	đến 22,4 (20)	50 ± 1	50
> 10	đến 16 (15)	30 ± 1	30
> 5	đến 10	20 ± 1	20
> 2,8 (3,0)	đến 5	10 ± 1	10
< 2,8 (3,0)		6 ± 1	6

7.2.4. Giảm lượng quặng có kích thước nhỏ hơn 10 mm bằng phương pháp giảm lượng mẫu đơn. (xem hình 2).

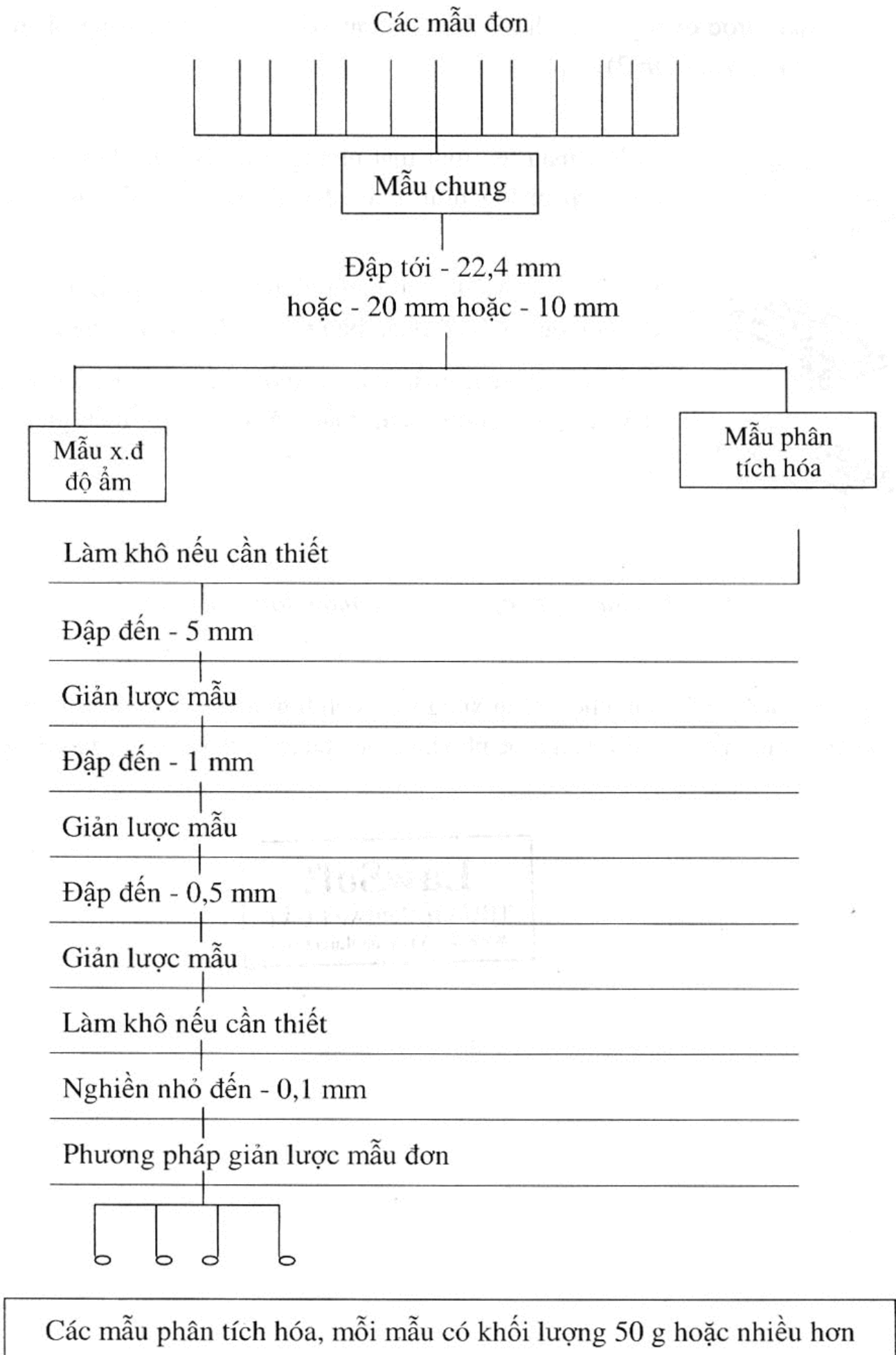
- 
- a) Rải mẫu lên một mặt phẳng nhẵn (không hút ẩm) thành một lớp phẳng hình chữ nhật có độ dày đều được nêu ở bảng 3.
- b) Chia thành 20 phần bằng nhau; ví dụ, 5 phần bằng nhau theo chiều dài và 4 phần bằng nhau theo chiều rộng.
- c) Lấy một xẻng mẫu đầy từ mỗi phần, bằng cách xúc tận đáy. Gộp hai mươi xẻng mẫu đó thành một mẫu giảm lượng.

Hình 2- Phương pháp giảm lượng mẫu đơn thủ công.

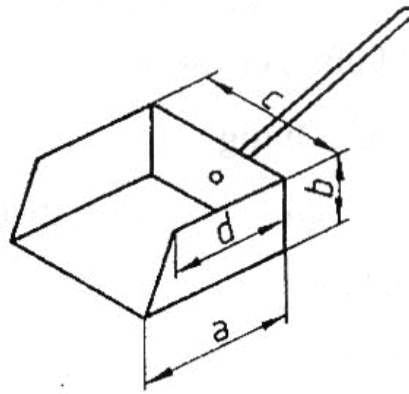
Tùy theo kích thước hạt, chọn xẻng xúc mẫu thích hợp nêu ở bảng 4 (xem hình 4). Nếu khối lượng mẫu sau khi giảm lượng nhỏ hơn theo bảng 1, cần chọn xẻng lớn hơn.



05473072



Hình 1 - Minh họa về chuẩn bị mẫu



Hình 3- Xẻng xúc mẫu đơn (xem bảng 4).

Bảng 3 - Độ dày của lớp quặng theo kích thước hạt.

Tính bằng mm

Kích thước hạt		Độ dày
> 5	đến 10	30 đến 40
> 2,8 (3,0)	đến 5	25 đến 35
> 1	đến 2,8 (3,0)	20 đến 30
> 0,5	đến 1	10 đến 20
> 0,1	đến 0,5	10 đến 15
< 0,1		5 đến 10

Bảng 4 - Kích thước xẻng lấy mẫu đơn.

Cỡ hạt	Kích thước xẻng (mm)				Thể tích (gần đúng) cm ³	
	a	b	c	đ		
mm						
> 5	đến 10	60	35	60	50	125
> 2,8 (3,0)	đến 5	50	30	50	40	75
> 1	đến 2,8 (3,0)	40	25	40	30	40
> 0,5	đến 1	30	15	30	25	15
> 0,1	đến 0,5	20	10	20	20	4
< 0,1		15	10	15	12	2

7.2.5. Khi giản lược mẫu bằng dụng cụ cơ giới, dụng cụ giản lược mẫu được kiểm tra trước để khẳng định không có ảnh hưởng đến quá trình giản lược mẫu.

8. Nhân thông tin cho chuyển hàng

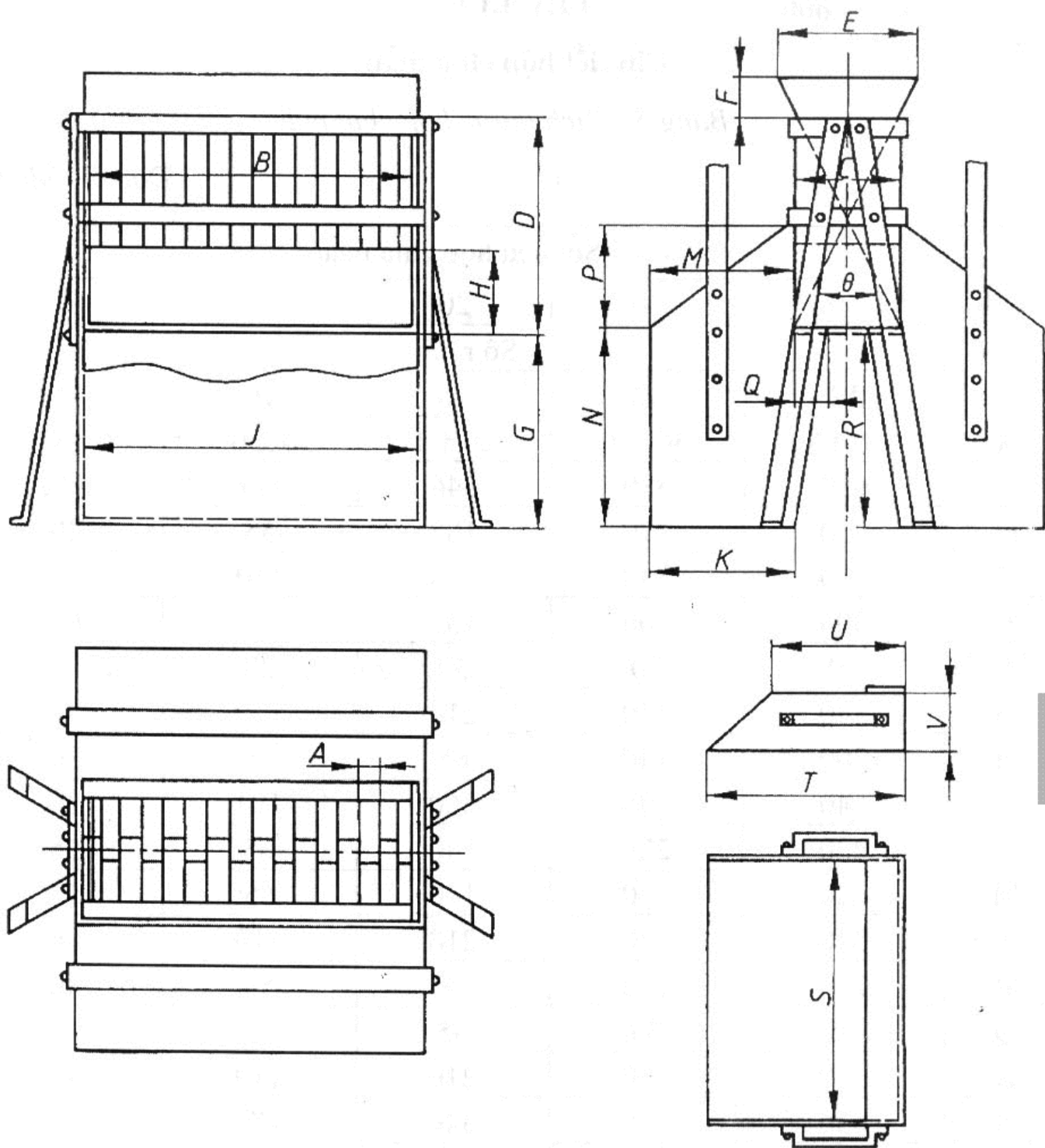
Thông tin sau sẽ được ghi vào chứng chỉ kèm theo chuyển hàng:

- a) Tên và địa chỉ của người bán;
- b) Tên và địa chỉ của người mua;
- c) Số hiệu và ngày tháng cấp chứng chỉ;
- d) Tên chuyển hàng (tên tàu hỏa, tàu thủy, v.v.);
- e) Khối lượng chuyển hàng, tính bằng tấn;
- f) Loại và đặc tính chất lượng của quặng;
- g) Những thông tin khác, nếu cần thiết.

9. Độ chính xác chuẩn bị mẫu

Phương pháp quy định trong phần này của tiêu chuẩn được xây dựng để có độ chính xác chuẩn bị mẫu vào khoảng $\pm 0,7\%$ (phần trăm tuyệt đối của hàm lượng mangan hoặc hàm lượng ẩm) với xác suất 95%.

09676172



Hình 4- Hộp chia mẫu

09673072

PHỤ LỤC**Chi tiết hộp chia mẫu***Bảng 5 - Kích thước hộp chia mẫu**Đơn vị tính mm*

Kích thước ¹⁾	Số hiệu hộp chia mẫu				
	50	30	20	10	6
	Số rãnh ²⁾				
	12	12	16	16	16
A	50 ± 1	30 ± 1	20 ± 1	10 ± 0,5	6 ± 0,5
B	630	380	346	171	112
C	250	170	105	55	40
D	500	340	210	110	80
E	300	200	135	75	60
F	50	30	30	20	20
G	340	340	210	110	80
H	200	140	85	45	30
J	640	390	360	184	120
K	220	220	140	65	55
M	220	220	140	65	55
N	340	340	210	110	80
P	250	170	105	55	40
Q	75	55	35	20	15
R	340	340	210	110	80
S	630	380	346	171	112
T	400	300	200	120	80
U	265	200	135	70	45
V	200	150	105	50	35

¹⁾ A là kích thước quy định. Các kích thước khác được nêu chỉ là ví dụ.

²⁾ Số rãnh là số chẵn và không nhỏ hơn số đưa ra trong bảng 5.

θ có thể bằng 60⁰ hoặc nhỏ hơn (xem hình 4). Hộp nhận mẫu phải vừa khít với độ mở của dụng cụ giảm lực để tránh bay bột mịn. Mặt trong của dụng cụ giảm lực phải nhẵn và không rỉ.

Tiêu chuẩn ngành

16 TCN 980: 2006 - (ISO 310-1992)

16 TCN 980: 2006

ISO 310-1992

Ban hành lần 1

**QUẶNG VÀ TINH QUẶNG MANGAN
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG ẨM TRONG MẪU PHÂN TÍCH
PHƯƠNG PHÁP KHỐI LƯỢNG**

**MANGANESE ORES AND CONCENTRATES
DETERMINATION OF HYGROSCOPIC MOISTURE CONTENT
IN ANALYTICAL SAMPLES - GRAVIMETRIC METHOD**

HÀ NỘI - 2006

**QUẶNG VÀ TINH QUẶNG MANGAN
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG ẨM TRONG MẪU PHÂN TÍCH
PHƯƠNG PHÁP KHỐI LƯỢNG**

**MANGANESE ORES AND CONCENTRATES
DETERMINATION OF HYGROSCOPIC MOISTURE CONTENT
IN ANALYTICAL SAMPLES - GRAVIMETRIC METHOD**

09673072

QUẶNG VÀ TINH QUẶNG MANGAN - Xác định hàm lượng ẩm trong mẫu phân tích - Phương pháp khối lượng.

Manganese ores and concentrates - Determination of hygroscopic moisture content in analytical samples - Gravimetric method.

1. Phạm vi và lĩnh vực áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp khối lượng xác định hàm lượng ẩm trong quặng và tinh quặng mangan. Phương pháp này áp dụng cho các sản phẩm có hàm lượng ẩm từ 0,1% (m/m) đến 10% (m/m).

Xác định hàm lượng ẩm được tiến hành đồng thời với việc xác định hàm lượng các thành phần khác trong cùng một mẫu phân tích, để hàm lượng các thành phần khác có thể tính được theo mẫu quặng khô tuyệt đối.

Tiêu chuẩn này được sử dụng kết hợp với *ISO 4297*.

2. Tiêu chuẩn trích dẫn

16 TCN 978: 2006 - (ISO 4296-1), Quặng mangan - Lấy mẫu - Phần 1: Lấy mẫu đơn.

16 TCN 979: 2006 - (ISO 4296-2), Quặng mangan - Lấy mẫu - Phần 2: Chuẩn bị mẫu.

ISO 4297: 1978, Quặng và tinh quặng mangan - Các phương pháp phân tích hóa - Các hướng dẫn chung.

3. Nguyên tắc

Sấy phần mẫu thử đã khô trong không khí bằng tủ sấy thí nghiệm ở 105 đến 110°C đến khối lượng không đổi, và xác định khối lượng bị mất đi.

4. Thiết bị, dụng cụ

Các thiết bị và dụng cụ phòng thí nghiệm thông thường và

4.1. Chén cân có nắp.

4.2. Tủ sấy thí nghiệm có điều khiển nhiệt độ.

4.3. Bình hút ẩm, chứa canxi clorua khan, được nung khô ở 700 đến 800°C.

5. Lấy mẫu và mẫu thử

Để phân tích, sử dụng mẫu phòng thí nghiệm có độ hạt nhỏ hơn 100 μm , lấy theo 16 TCN 978: 2006 - (ISO 4296-1) và chuẩn bị mẫu theo TCN 979: 2006 - (ISO 4296-2). Mẫu cần được để khô trong điều kiện không khí phòng thí nghiệm.

6. Phương pháp tiến hành

6.1. Phần mẫu thử

Tùy thuộc vào hàm lượng ẩm ước tính của mẫu thử, cân mẫu thử chính xác đến 0,001g, theo bảng 1.

Bảng 1

Hàm lượng ẩm ước tính % (m/m)			Khối lượng phần mẫu thử g
0,1	đến	2	2
2	đến	10	1

6.2. Cách tiến hành

Cho phần mẫu thử (6.1) vào chén cân (4.1) đã được sấy ở 105 đến 110⁰ C trong tủ sấy thí nghiệm (4.2), và cân cả nắp.

Đặt chén cân đã mở nắp chứa phần mẫu thử và nắp chén vào tủ sấy thí nghiệm và sấy ở 105⁰C đến 110⁰C trong hai giờ. Đóng nắp và làm nguội 20 phút đến 30 phút trong bình hút ẩm (4.3) và sau đó cân. Trước khi cân nâng nhẹ nắp chén lên và đập lại ngay. Lặp lại các bước sấy, làm nguội và cân cho đến khi có được khối lượng không đổi. Sấy lại vài lần, mỗi lần 30 phút. Nếu sau khi sấy lại, mẫu thử tăng khối lượng thì chấp nhận khối lượng lần trước là khối lượng cuối cùng.

7. Biểu thị kết quả

7.1. Tính kết quả

Hàm lượng ẩm $W_{\text{H}_2\text{O}}$, biểu thị bằng phần trăm khối lượng được tính theo công thức:

$$W_{H_2O} = \frac{(m_1 - m_2) \times 100}{m}$$

Trong đó:

m_1 là khối lượng chén cân chứa mẫu và nắp trước khi sấy, tính bằng gam;

m_2 là khối lượng chén cân chứa mẫu và nắp sau khi sấy, tính bằng gam;

m là khối lượng phần mẫu thử, tính bằng gam.

7.2. Độ chính xác

Độ chính xác của kết quả phân tích xem phụ lục A.

8. Báo cáo kết quả phép thử

Bản báo cáo kết quả phép thử gồm các thông tin sau:

- a) tiêu chuẩn trích dẫn cho phép thử này;
- b) tất cả các thông tin cần thiết để nhận diện mẫu, phòng thí nghiệm và ngày phân tích;
- c) kết quả và phiếu báo kết quả;
- d) bất kỳ thao tác nào không quy định trong tiêu chuẩn này, hoặc những thao tác riêng có thể ảnh hưởng đến kết quả.

PHỤ LỤC A*(Thông tin)***ĐỘ CHÍNH XÁC CỦA PHƯƠNG PHÁP**

Các số liệu độ chính xác ở bảng A.1 được lấy từ các kết quả phân tích, có thể xem để tham khảo.

Bảng A.1

Hàm lượng ấm	Độ lệch cho phép	
	Ba lần đo song song	Hai lần đo song song
% (m/m)	% (m/m)	% (m/m)
0,1 đến 0,2	0,04	0,03
0,2 đến 0,5	0,06	0,05
0,5 đến 1,0	0,10	0,08
1,0 đến 2,0	0,15	0,13
2,0 đến 5,0	0,20	0,17
5,0 đến 10,0	0,30	0,25

09673072

Tiêu chuẩn ngành

16 TCN 981: 2006 - (ISO 312-1986)

16 TCN 981: 2006

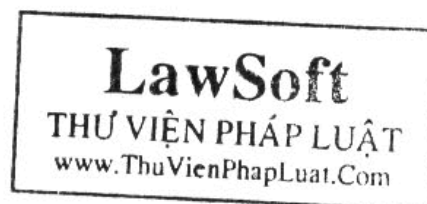
ISO 312-1986

Ban hành lần 1

QUẶNG MANGAN

XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG OXY HOẠT TÍNH BIỂU THỊ BẰNG MANGAN DIOXIT PHƯƠNG PHÁP CHUẨN ĐỘ

MANGANESE ORES DETERMINATION OF ACTIVE OXYGEN CONTENT EXPRESSED AS MANGANESE DIOXIDE TITRIMETRIC METHOD



HÀ NỘI - 2006

09673072

QUẶNG MANGAN**XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG OXY HOẠT TÍNH
BIỂU THỊ BẰNG MANGAN DIOXIT
PHƯƠNG PHÁP CHUẨN ĐỘ****MANGANESE ORES****DETERMINATION OF ACTIVE OXYGEN CONTENT
EXPRESSED AS MANGANESE DIOXIDE
TITRIMETRIC METHOD**

09673072

QUẶNG MANGAN - Xác định hàm lượng oxy hoạt tính, biểu thị bằng mangan dioxit - Phương pháp chuẩn độ

Manganese ores - Determination of active oxygen content, expressed as manganese dioxide - Titrimetric method

1. Phạm vi và lĩnh vực áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp chuẩn độ để xác định hàm lượng oxy hoạt tính (thường được biểu thị bằng mangan dioxit) trong quặng mangan sau khi khử bằng amoni sắt(II) sunfat.

2. Tiêu chuẩn trích dẫn

ISO 4297, Quặng và tinh quặng mangan - Phương pháp phân tích hóa - Các hướng dẫn chung.

16 TCN 978: 2006 - (ISO 4296/1), Quặng mangan - Lấy mẫu - Phần 1: Lấy mẫu đơn.

16 TCN 979: 2006 - (ISO 4296/2), Quặng mangan - Lấy mẫu - Phần 2: Chuẩn bị mẫu.

3. Nguyên tắc

Hòa tan phần mẫu thử bằng một lượng dư dung dịch tiêu chuẩn amoni sắt(II) sunfat trong môi trường axit sunfuric để khử mangan dioxit có trong mẫu thử. Chuẩn ngược lượng dư amoni sắt(II) sunfat bằng dung dịch tiêu chuẩn kali dicromat khi có mặt chỉ thị natri diphenylaminsulfonat.

4. Thuốc thử

4.1. Axit photphoric, ρ 1,7 g/ml.

4.2. Amoni sắt(II) sunfat, dung dịch 60g/l.

Hòa tan 60 g amoni sắt(II) sunfat, $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ trong axit sunfuric, dung dịch (1+7), pha loãng bằng axit này đến 1 lít.

4.3. Kali dicromat, dung dịch tiêu chuẩn 8,780 g/l.

4.3.1. Chuẩn bị dung dịch.

Hòa tan 8,780 g kali dicromat đã kết tinh lại và sấy ở 180 đến 200⁰C, trong 100 ml nước. Chuyển dung dịch vào bình định mức 1 lít, định mức bằng nước và lắc đều.

4.3.2. Chuẩn hóa dung dịch.

Cân 3 phần mẫu thử từ mẫu chuẩn quặng mangan có hàm lượng mangan dioxit gần với mẫu phân tích và tiến hành qua tất cả các bước phân tích ở (7.4).

Độ chuẩn của dung dịch kali dicromat được tính theo công thức:

$$T = \frac{B \times m}{V \times 100}$$

Trong đó:

T là độ chuẩn dung dịch kali dicromat, tính bằng gam mangan dioxit tương ứng với 1 mililit dung dịch;

B là hàm lượng mangan dioxit của mẫu chuẩn quặng mangan, tính bằng phần trăm khối lượng;

m là khối lượng phần mẫu thử tiêu chuẩn, tính bằng gam;

V là thể tích dung dịch kali dicromat tiêu tốn, tính bằng mililit.

Lấy giá trị T là giá trị trung bình của ba kết quả thu được.

4.4. Natri diphenylaminsulfonat, dung dịch 0,8 g/l.

Hòa tan 0,8 g bột natri diphenylaminsulfonat [$C_6H_5NHC_6H_4SO_3Na$] trong một ít nước và pha loãng bằng nước đến 1 lít.

Bảo quản dung dịch trong bình thủy tinh nâu.

5. Thiết bị, dụng cụ

Các thiết bị và dụng cụ phòng thí nghiệm thông thường và

5.1. Bình tam giác, dung tích 300 ml, có nút đậy và hai đường ra (xem hình vẽ).

5.2. Nguồn cacbon dioxit.

6. Mẫu thử

Lấy mẫu quặng mangan, xem 16 TCN 978: 2006 - (ISO 4296/1). Chuẩn bị mẫu, xem 16 TCN 979: 2006 - (ISO 4296/2).

Sử dụng mẫu thử đã được nghiền đến độ mịn nhỏ hơn 100 μm (kiểm tra bằng rây thích hợp) và đã được sấy khô trong điều kiện phòng thí nghiệm.

7. Phương pháp tiến hành

7.1. Phần mẫu thử

Cân 0,25 g mẫu thử vào bình tam giác (5.1).

7.2. Số lần thử

Tiến hành thử đồng thời 3 phần mẫu thử trên cùng một mẫu phân tích.

7.3. Phép thử trắng

Tiến hành phép thử trắng qua tất cả các bước như mẫu phân tích.

7.4. Cách tiến hành

Thêm vào bình tam giác chứa phần mẫu thử (7.1) 50 ml dung dịch amoni sắt(II) sunfat (4.2). Đậy bình và dẫn khí cacbon dioxit qua bình chứa dung dịch. Lắc dung dịch khi vẫn tiếp tục dẫn khí qua, đun nóng nhẹ bình cho đến khi tan hết quặng (không còn các hạt màu tối).

Làm nguội bình (trong khi vẫn dẫn khí cacbon dioxit qua). Mở nắp bình; thêm 10 ml axit photphoric (4.1) và 2 ml dung dịch chỉ thị natri diphenylaminsunfonat (4.4). Pha loãng đến 150 ml bằng nước lạnh (đã đuổi hết không khí bằng cách đun sôi) và chuẩn độ lượng dư amoni sắt(II) sunfat bằng dung dịch kali dicromat (4.3) cho đến khi xuất hiện màu tím - xanh ổn định.

8. Biểu thị kết quả

8.1. Tính kết quả

Hàm lượng oxy hoạt tính, biểu thị bằng phần trăm khối lượng mangan dioxit, được tính theo công thức

$$\frac{T \times (V_1 - V_2) \times 100}{m_0} \times K$$

Trong đó:

T là độ chuẩn của dung dịch kali dicromat (xem 4.3.2);

V₁ là thể tích dung dịch chuẩn kali dicromat tiêu tốn cho mẫu trắng, tính bằng mililit;

V₂ là thể tích dung dịch chuẩn kali dicromat tiêu tốn cho mẫu thử, tính bằng mililit;

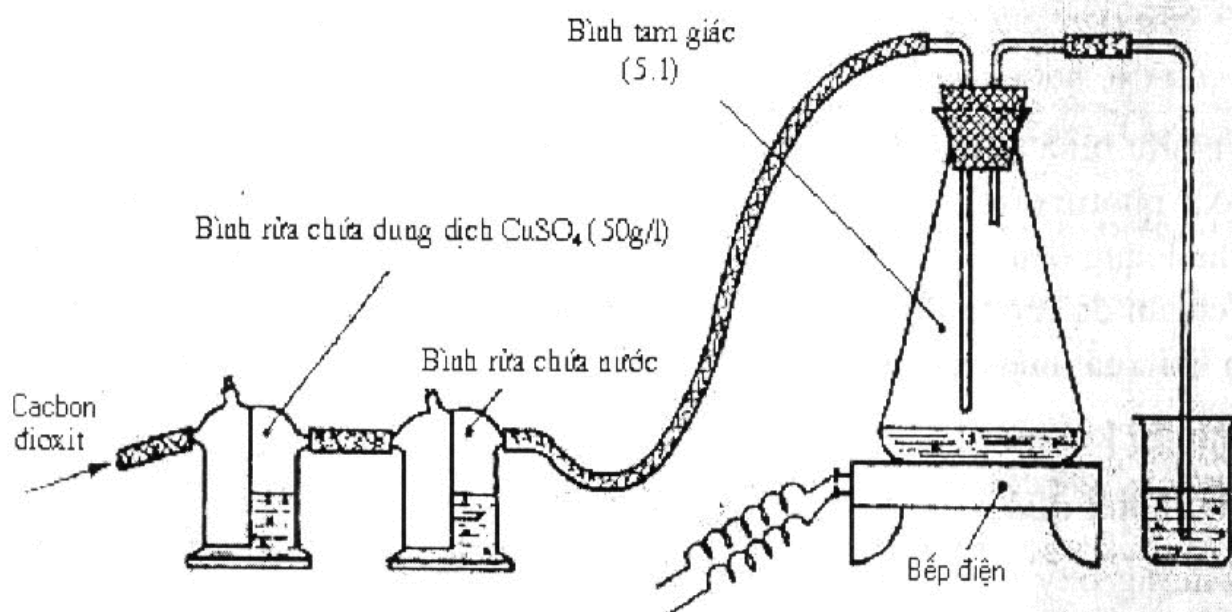
m₀ là khối lượng phần mẫu thử, tính bằng gam;

K là hệ số tính chuyển hàm lượng oxy hoạt tính trên mẫu khô.

8.2. Độ lệch cho phép của ba lần thử song song

Hàm lượng oxy hoạt tính ⁽¹⁾ % (m/m)		Độ lệch cho phép % (m/m)
Từ	Đến	
	50,00	0,30
50,00	70,00	0,40
70,00	90,00	0,50

(1) Tính chuyển ra mangan dioxit



Hình - Minh họa về thiết bị.

Tiêu chuẩn ngành

16 TCN 982: 2006 - (ISO 9681: 1990)

16 TCN 982: 2006

ISO 9681: 1990

Ban hành lần 1

QUẶNG VÀ TINH QUẶNG MANGAN

XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG SẮT

PHƯƠNG PHÁP QUANG PHỔ HẤP THỤ NGUYÊN TỬ NGỌN LỬA

MANGANESE ORES AND CONCENTRATES

DETERMINATION OF IRON CONTENT

FLAME ATOMIC ABSORPTION SPECTROMETRIC METHOD

09673072

QUẶNG VÀ TINH QUẶNG MANGAN
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG SẮT
PHƯƠNG PHÁP QUANG PHỔ HẤP THỤ NGUYÊN TỬ NGỌN LỬA

MANGANESE ORES AND CONCENTRATES
DETERMINATION OF IRON CONTENT
FLAME ATOMIC ABSORPTION SPECTROMETRIC METHOD

QUẶNG VÀ TINH QUẶNG MANGAN - Xác định hàm lượng sắt - Phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử có ngọn lửa

Manganese ores and concentrates - Determination of iron content - Flame atomic absorption spectrometric method

1. Phạm vi và lĩnh vực áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa để xác định hàm lượng sắt trong quặng và tinh quặng mangan. Phương pháp này áp dụng cho sản phẩm có hàm lượng sắt từ 0,2% (m/m) đến 10% (m/m).

Tiêu chuẩn này được sử dụng kết hợp với ISO 4297.

2. Tiêu chuẩn trích dẫn

16 TCN 980: 2006 - (ISO 310), Quặng mangan - Xác định hàm lượng ẩm trong mẫu phân tích - Phương pháp khối lượng.

16 TCN 978: 2006 - (ISO 4296/1), Quặng mangan - Lấy mẫu - Phần 1: Lấy mẫu đơn.

16 TCN 979: 2006 - (ISO 4296/2), Quặng mangan - Lấy mẫu - Phần 2: Chuẩn mẫu.

ISO 4297: 1978, Quặng và tinh quặng mangan - Các phương pháp phân tích hóa - Các hướng dẫn chung.

3. Nguyên tắc

Phương pháp 1:

Phân hủy phần mẫu thử bằng axit clohydric, axit pecloric và axit flohydric. Tách phần cặn không tan, nung cặn với hỗn hợp chảy và hòa tan khối chảy đã nguội trong dung dịch thử. Phun dung dịch thử vào ngọn lửa không khí - axetylen của máy quang phổ hấp thụ nguyên tử và đo độ hấp thụ ở bước sóng 248,3 nm hoặc 344,06 nm.

Phương pháp 2:

Phân hủy phần mẫu thử bằng axit clohydric, axit nitric, axit pecloric và lọc cặn không tan. Loại silic oxit bằng cách cô bốc khối với axit sunfuric và axit flohydric, nung cặn với hỗn hợp chảy và hòa tan khối chảy đã nguội trong dung dịch thử. Phun dung dịch thử vào ngọn lửa không khí - axetylen của máy quang phổ hấp thụ nguyên tử và đo độ hấp thụ ở bước sóng 248,3 nm hoặc 344,06 nm.

4. Thuốc thử

Trong quá trình phân tích chỉ sử dụng hóa chất có độ tinh khiết phân tích và nước cất hoặc nước có độ sạch tương đương.

- 4.1. Mangan kim loại, độ sạch 99,9%.
- 4.2. Axit clohydric, ρ 1,19 g/ml.
- 4.3. Axit clohydric, ρ 1,19 g/ml, pha loãng 1+50.
- 4.4. Axit flohydric, ρ 1,14 g/ml.
- 4.5. Axit pecloric, ρ 1,61 g/ml.
- 4.6. Axit nitric, ρ 1,40 g/ml.
- 4.7. Axit nitric, ρ 1,40 g/ml, pha loãng 1+1.
- 4.8. Axit sunfuric, ρ 1,84 g/ml, pha loãng 1+1.

Thêm từ từ và cẩn thận một thể tích dung dịch axit sunfuric đặc vào cùng một thể tích nước.

- 4.9. Hydro peroxit, dung dịch 30% (m/m).
- 4.10. Hỗn hợp chảy.

Trộn natri cacbonat khan và natri tetraborat khan theo tỷ lệ 3 + 1.

- 4.11. Dung dịch nền A, dùng cho quặng có hàm lượng CaO nhỏ hơn 5% (m/m).

Hòa tan 5 g mangan kim loại (4.1) trong 40 ml axit nitric (4.7). Thêm 30 ml axit pecloric (4.5). Đun cho đến khi xuất hiện khói axit pecloric. Để nguội dung dịch và pha loãng bằng nước. Thêm 7,5 g natri cacbonat khan, 2,5 g natri tetraborat khan và 30 ml axit clohydric (4.2). Sau khi tan hết, chuyển dung dịch vào bình định mức 500 ml, định mức bằng nước và lắc đều.

- 4.12. Dung dịch nền B, dùng cho quặng có hàm lượng CaO lớn hơn 5% (m/m).

Hòa tan 4 g mangan kim loại (4.1) và 1,8 g canxi cacbonat trong 40 ml axit nitric (4.7) và tiến hành như đã mô tả ở 4.11.

- 4.13. Sắt, dung dịch tiêu chuẩn.

- 4.13.1. Sắt, dung dịch tiêu chuẩn A, tương ứng 4 g Fe/l.

Hòa tan 4,000 g sắt cacbonyl (độ sạch 99,99%) trong 40 ml axit nitric (4.6). Thêm 40 ml axit pecloric (4.5) và đun cho đến khi xuất hiện khói axit pecloric. Để

nguội, pha loãng bằng nước. Chuyển vào bình định mức 1000 ml, định mức bằng nước và lắc đều.

1 ml dung dịch tiêu chuẩn này chứa 4 mg Fe.

4.13.2. Sắt, dung dịch tiêu chuẩn B, tương ứng 0,1 g Fe/l.

Lấy 5 ml dung dịch tiêu chuẩn A (4.13.1) vào bình định mức 200 ml, định mức bằng nước và lắc đều.

1 ml dung dịch tiêu chuẩn này chứa 0,1 mg Fe.

5. Thiết bị và dụng cụ

Các dụng cụ, thiết bị phòng thí nghiệm thông thường và

5.1. Chén bạch kim.

5.2. Cốc đun polytetrafloethylen (PTFE).

5.3. Máy quang phổ hấp thụ nguyên tử có đầu đốt không khí - axetylen.

Máy quang phổ hấp thụ nguyên tử cần thỏa mãn những yêu cầu sau:

a) Độ nhạy tối thiểu: Độ hấp thụ của dung dịch tiêu chuẩn có nồng độ sắt cao nhất (*xem 7.4*) tối thiểu phải bằng 0,25;

b) Độ tuyến tính của đường chuẩn: Độ dốc của đường chuẩn ở 20% vùng nồng độ cao nhất (*biểu thị bằng sự thay đổi độ hấp thụ*) không nhỏ hơn 0,7 giá trị của độ dốc ở 20% vùng nồng độ thấp nhất được đo cùng một cách;

c) Độ ổn định cực tiểu: Độ lệch chuẩn độ hấp thụ của dung dịch đường chuẩn có nồng độ cao nhất và độ lệch chuẩn độ hấp thụ của dung dịch đường chuẩn zero được tính từ số liệu của số lần đo lặp lại đủ lớn, tương ứng phải nhỏ hơn 1,5% và 0,5% của giá trị độ hấp thụ trung bình của dung dịch đặc nhất.

Chú thích:

1. Nên sử dụng máy ghi và/hoặc thiết bị hiện số để tính toán các thông số và dùng cho các phép đo tiếp theo.

2. Với từng loại thiết bị các thông số có thể thay đổi. Những thông số nêu dưới đây đã được sử dụng tốt trong nhiều phòng thí nghiệm và có thể sử dụng để tham khảo:

Dòng đèn catod rỗng cho sắt: 20 mA,

Bước sóng: 248,3 nm hoặc 344,06 nm,

Tốc độ dòng không khí: 13,3 lít/phút,

Tốc độ dòng khí acetylen: 1,7 lít/phút.

Trong những hệ thống không sử dụng tốc độ dòng khí nêu trên, thì vẫn có thể dùng tỷ lệ dòng khí này để tham khảo.

6. Lấy mẫu và mẫu thử

Để phân tích, dùng mẫu phòng thí nghiệm có kích thước hạt $-100\mu\text{m}$ và được lấy mẫu theo 16 TCN 978: 2006 - (ISO 4296/1) và chuẩn bị mẫu theo 16 TCN 979: 2006 - (ISO 4296/2).

7. Cách tiến hành

7.1. Phân mẫu thử

Cân 1g mẫu thử đã khô trong không khí hoặc đã sấy khô ở 105°C đến 110°C .

Chú thích:

3. Khi sử dụng mẫu đã sấy khô ở 105°C đến 110°C , cần cân nhanh để tránh hút ẩm lại.

7.2. Phép thử trắng

Dùng 0,5g mangan kim loại (4.1) để làm phép thử trắng và thực hiện qua tất cả các bước như làm mẫu thử.

7.3. Tiến hành xác định

7.3.1. Phân hủy phần mẫu thử

Tiến hành phân hủy phần mẫu thử theo một trong các phương pháp sau:

7.3.1.1. Phương pháp 1

Cho phần mẫu thử (7.1) vào cốc polytetrafloethylene 300ml (5.2), tắm ước bằng nước và hòa tan trong 10 ml axit clohydric (4.2) và 5 đến 7ml axit flohydric (4.4), trong khi đun nóng nhẹ, nhưng không được sôi. Sau khi tan hết, thêm 10 ml axit pecloric (4.5) và tia rửa thành cốc bằng nước. Đun đến bốc khói axit pecloric và để nguội dung dịch. Tia rửa lại thành cốc bằng nước và thêm 5 ml axit clohydric (4.2) và đun đến bốc khói axit pecloric. Để nguội, sau đó thêm 20 ml nước nóng và 2 hoặc 3 giọt hydro peoxit (4.9). Đun sôi và để nguội. Lọc cặn qua giấy lọc trung bình có chứa một lượng nhỏ bột giấy lọc. Tia rửa giấy lọc bằng axit clohydric (4.3) nóng, sau đó tia rửa 7 hoặc 8 lần bằng nước nóng. Giữ nước lọc làm dung dịch chính.

7.3.1.2. Phương pháp 2

Cho phần mẫu thử (7.1) vào cốc thủy tinh bo silicat 300 ml, tắm ướt bằng nước và hòa tan trong 10 ml axit clohydric (4.2), trong khi đun nóng nhẹ, nhưng không được sôi. Sau khi tan hết, thêm 1 ml axit nitric (4.6) và 10 ml axit percloric (4.5) và tia rửa thành cốc bằng nước. Đun đến bốc khói axit percloric và để nguội dung dịch. Tiến hành tiếp theo mục 7.3.1.1, từ đoạn "tia rửa lại thành cốc...".

7.3.2. Xử lý cặn

7.3.2.1. Phương pháp 1

Chuyển giấy lọc và cặn vào chén bạch kim (5.1). Tro hóa giấy lọc và cặn ở 600°C đến 700°C . Lấy ra và để nguội.

Nung cặn với 1g hỗn hợp chảy (4.10) ở 950°C đến 1050°C . Hòa tan khối chảy vào cốc bằng 50 ml nước nóng. Bỏ chén ra và tia rửa bằng nước đã được axit hóa với 3 ml axit clohydric (4.2), khoảng 1% (v/v). Gộp dung dịch này vào dung dịch chính (7.3.1.1).

7.3.2.2. Phương pháp 2

Chuyển giấy lọc chứa silic oxit và cặn vào chén bạch kim (5.1). Tro hóa giấy lọc và cặn ở 600°C đến 700°C . Lấy ra và để nguội. Tắm ướt cặn trong chén bằng vài giọt nước và thêm 2 đến 4 giọt axit sunfuric (4.8) và 5 đến 7 ml axit flohydric (4.4).

Cô dung dịch đến khô và nung cặn trong chén ở 400°C đến 500°C cho đến khi loại được hoàn toàn axit sunfuric, sau đó để nguội. Tiến hành tiếp theo mục 7.3.2.1, từ đoạn "Nung cặn...".

7.3.3. Chuẩn bị dung dịch thử

Chuyển dung dịch gộp (7.3.2.1) hoặc (7.3.2.2) vào bình định mức 250 ml, định mức bằng nước và lắc đều. Sử dụng dung dịch thu được hoặc lấy một phần dung dịch theo bảng 1 tùy thuộc vào hàm lượng sắt ước tính cho các bước tiếp theo trong phép đo.

Chuyển dung dịch hoặc một phần dung dịch vào bình định mức 100 ml. Thêm dung dịch nền A (4.11) hoặc B (4.12), tùy thuộc hàm lượng CaO có trong mẫu. Định mức bằng nước và lắc đều.

Bảng 1 - Thể tích phần dung dịch thử và dung dịch nền

Hàm lượng sắt ước tính	Phần dung dịch thử	Nồng độ sắt trong dung dịch đo	Dung dịch nền (4.11 hoặc 4.12) cho thêm
%(m/m)	ml	µg/ml	ml
0,2 đến 1	25	2 đến 10	15
1 đến 5	5	2 đến 10	20
2,5 đến 10	-	100 đến 400	-

7.4. Chuẩn bị dãy dung dịch đường chuẩn

7.4.1. Hàm lượng sắt đến 5% (m/m)

Dùng pipét lấy 0 ml^{*)}; 2,0 ml; 4,0 ml; 6,0 ml; 8,0 ml và 10 ml dung dịch tiêu chuẩn sắt B (4.13.2), tương ứng 0 mg; 0,002 mg; 0,004 mg; 0,006 mg; 0,008 mg và 0,010 mg Fe/ml vào dãy sáu bình định mức 100 ml. Thêm 20 ml dung dịch nền A (4.11) hoặc B (4.12), tùy thuộc vào hàm lượng CaO có trong mẫu. Định mức bằng nước và lắc đều.

7.4.2. Hàm lượng sắt lớn hơn 2,5% (m/m)

Dùng pipét lấy 0 ml^{*)}; 2,5 ml; 5,0 ml; 7,5 ml; 10,0 ml và 12,5 ml dung dịch tiêu chuẩn sắt A (4.13.1) tương ứng 0 mg; 0,1 mg; 0,2 mg; 0,3 mg; 0,4 mg và 0,5 mg Fe/ml vào dãy sáu bình định mức 100 ml. Thêm 20 ml dung dịch nền A (4.11) hoặc B (4.12), tùy thuộc vào hàm lượng CaO có trong mẫu. Định mức bằng nước và lắc đều.

Chú thích:

4) Vùng hàm lượng sắt đo được phụ thuộc vào thiết bị. Cần chú ý đến giá trị cực tiểu nêu trong mục 5.3. Đối với thiết bị có độ nhạy cao thì có thể dùng lượng dung dịch tiêu chuẩn nhỏ hơn.

7.5. Đường chuẩn và phép đo phổ

7.5.1. Phép đo phổ

Tối ưu hóa thông số thiết bị theo mô tả ở 5.3. Sau 10 phút nung nóng đầu đốt và

^{*)} Dung dịch đường chuẩn zero

nhận được các thông số ổn định, phun dịch thử hoặc dung dịch thử đã được pha loãng (7.3.3). Đặt bước sóng 248,3 nm khi hàm lượng sắt từ 0,2% (m/m) đến 5,0% (m/m) hoặc bước sóng 344,06 nm khi hàm lượng sắt trên 2,5% (m/m). Trong khoảng nồng độ sắt từ 2,5% (m/m) đến 5,0% (m/m) thì có thể đo ở cả hai bước sóng.

Phun nước sau dung dịch thử để có được độ hấp thụ zero.

Đo lặp lại ít nhất hai lần. Tính độ hấp thụ thực của dung dịch thử bằng cách trừ đi độ hấp thụ của dung dịch trắng (7.2).

Dựa vào đường chuẩn (7.5.2) tính giá trị lượng sắt bằng $\mu\text{g/ml}$ theo giá trị độ hấp thụ thực của dung dịch thử.

Đồng thời với việc phân tích dung dịch thử, phân tích dãy dung dịch đường chuẩn (7.4).

7.5.2. Dụng đường chuẩn

Tính độ hấp thụ thực của từng dung dịch đường chuẩn (7.4.1 hoặc 7.4.2) bằng cách trừ đi độ hấp thụ trung bình của dung dịch đường chuẩn zero.

Dụng đường chuẩn theo độ hấp thụ thực của dung dịch đường chuẩn và $\mu\text{g Fe/ml}$.

8. Biểu thị kết quả

8.1. Tính kết quả

Hàm lượng sắt, w_{Fe} , biểu thị bằng phần trăm khối lượng, được tính theo công thức:

$$w_{\text{Fe}} = \frac{\rho_{\text{Fe}} \times V \times K \times 100}{m \times 10^6} = \frac{\rho_{\text{Fe}} \times V \times K}{m \times 10^4}$$

Trong đó:

ρ_{Fe} là nồng độ sắt trong dung dịch thử tính theo đường chuẩn, tính bằng microgam trong một mililit;

V là thể tích dung dịch thử cuối cùng, tính bằng mililit;

m là khối lượng phần mẫu thử trong dung dịch thử cuối cùng, tính bằng gam;

K là hệ số tính chuyển hàm lượng sắt trên mẫu khô (đối với mẫu để khô trong không khí, xem ISO 4297).

8.2. Độ lệch cho phép của kết quả các lần xác định song song

Xem bảng 2

*Bảng 2 - Độ lệch cho phép của hàm lượng sắt**Giá trị tính bằng % (m/m)*

Hàm lượng sắt	Độ lệch cho phép	
	Ba lần đo song song	Hai lần đo song song
0,2 đến 0,4	0,04	0,03
0,4 đến 1,0	0,07	0,06
1,0 đến 2,5	0,10	0,09
2,5 đến 5,0	0,15	0,12
5,0 đến 10,0	0,25	0,20

Tiêu chuẩn ngành

16 TCN 983: 2006 - (ISO 4571: 1981)

16 TCN 983: 2006

ISO 4571: 1981

Ban hành lần 1

QUẶNG VÀ TINH QUẶNG MANGAN

**XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG NATRI VÀ KALI
PHƯƠNG PHÁP QUANG PHỔ PHÁT XẠ NGUYÊN TỬ NGỌN LỬA**

**MANGANESE ORES AND CONCENTRATES
DETERMINATION OF POTASSIUM AND SODIUM CONTENT
FLAME ATOMIC EMISSIONSPECTROMETRIC METHOD**

09673072

QUẶNG VÀ TINH QUẶNG MANGAN

XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG NATRI VÀ KALI
PHƯƠNG PHÁP QUANG PHỔ PHÁT XẠ NGUYÊN TỬ NGỌN LỬA

MANGANESE ORES AND CONCENTRATES
DETERMINATION OF POTASSIUM AND SODIUM CONTENT
FLAME ATOMIC EMISSIONSPECTROMETRIC METHOD

LawSoft
THƯ VIỆN PHÁP LUẬT
www.ThuVienPhapLuat.Com

09673072

QUẶNG VÀ TINH QUẶNG MANGAN - Xác định hàm lượng natri và kali - Phương pháp quang phổ phát xạ nguyên tử ngọn lửa

Manganese ores and concentrates - Determination of potassium and sodium content - Flame atomic emission spectrometric method

1. Phạm vi và lĩnh vực áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp quang phổ phát xạ nguyên tử ngọn lửa để xác định hàm lượng natri và/hoặc kali trong quặng và tinh quặng mangan.

Phương pháp này áp dụng cho khoảng hàm lượng kali từ 0,08 đến 3% (m/m) và hàm lượng natri từ 0,02 đến 1% (m/m).

Tiêu chuẩn này được sử dụng kết hợp với *ISO 4297*.

2. Tiêu chuẩn trích dẫn

ISO 4297, Quặng và tinh quặng mangan - Các phương pháp phân tích hóa - Các hướng dẫn chung.

3. Nguyên tắc

Phân hủy một phần mẫu thử có hàm lượng sắt thấp bằng axit nitric, axit flohydric và axit sunfuric. Loại axit flohydric bằng cách cô đến không còn khối axit sunfuric. Xử lý dung dịch bằng axit sunfuric và hydro peoxit để hòa tan mangan dioxit.

Phân hủy một phần mẫu thử có hàm lượng sắt cao bằng axit clohydric, axit nitric, axit flohydric và axit pecloric. Loại axit flohydric bằng cách cô đến khi bốc khói axit pecloric đậm đặc. Xử lý dung dịch bằng axit clohydric để hòa tan mangan dioxit.

Thêm dung dịch xesi nitrat vào dung dịch mẫu và pha loãng thích hợp. Phun dung dịch mẫu vào ngọn lửa không khí/axetylen và đo độ phát xạ của kali ở bước sóng 766,5 đến 769,7 nm và của natri ở bước sóng 589,0 đến 589,6 nm.

Ảnh hưởng của canxi được loại trừ khi dùng cách tử đơn sắc và ảnh hưởng qua lại của các nguyên tố kiềm (natri, liti và các nguyên tố khác) được loại trừ bằng dung dịch xesi nitrat.

4. Thuốc thử

4.1. Sắt, độ sạch 99,99%.

4.2. Kali clorua.

Sấy ở nhiệt độ 110°C đến khối lượng không đổi trước khi dùng.

4.3. Kim loại mangan điện phân, độ sạch không dưới 99,95%.

Cân 10g kim loại mangan điện phân cho vào cốc 400 ml, xử lý bề mặt bằng hỗn hợp gồm 50 ml nước và 5 ml axit nitric (4.5) trong vài phút cho đến khi bề mặt sáng bóng. Tia rửa 6 lần bằng nước và sau đó bằng axeton, sấy khô ở 100°C trong 10 phút.

4.4. Natri clorua.

Sấy ở nhiệt độ 110°C đến khối lượng không đổi trước khi dùng.

4.5. Axit nitric, ρ 1,40 g/ml.

4.6. Axit flohydric, ρ 1,14 g/ml.

4.7. Axit sunfuric, pha loãng 1+1.

4.8. Hydro peoxit, 30% (m/V), không chứa kim loại kiềm.

4.9. Axit clohydric, ρ 1,19 g/ml.

4.10. Axit pecloric, ρ 1,51 g/ml.

4.11. Xesi nitrat, dung dịch 15 g/l.

4.12. Sắt, dung dịch tiêu chuẩn tương ứng 10 g Fe/l.

Cân 2,5 g sắt (4.1) vào cốc 400 ml. Hòa tan bằng 15 ml axit nitric (4.5) và 30 ml nước, sau đó thêm 15 ml axit sunfuric (4.7). Cô dung dịch đến bốc khói axit sunfuric, để nguội và pha loãng bằng nước. Chuyển vào bình định mức 250 ml, định mức bằng nước và lắc đều.

1 ml dung dịch tiêu chuẩn này chứa 10 mg Fe.

4.13. Mangan, dung dịch tiêu chuẩn tương ứng 25 g Mn/l.

Cân 6,25 g kim loại mangan (4.3) vào cốc 400 ml và hòa tan bằng 30 ml axit clohydric (4.9) và 30 ml nước. Sau đó thêm 35 ml axit sunfuric (4.7) và cô cho đến bốc khói axit sunfuric, để nguội và pha loãng bằng nước. Chuyển vào bình định mức 250 ml, định mức bằng nước và lắc đều.

1 ml dung dịch tiêu chuẩn này chứa 25 mg Mn.

4.14. Kali, dung dịch tiêu chuẩn tương ứng 0,1g K/l.

Cân 0,190 7g kali clorua (4.2) vào cốc 400 ml và hòa tan bằng 200 ml nước. Chuyển dung dịch vào bình định mức 1 000 ml, định mức bằng nước và lắc đều.

1 ml dung dịch tiêu chuẩn này chứa 0,1 mg K.

Bảo quản dung dịch trong bình polyetylen.

4.15. Natri, dung dịch tiêu chuẩn tương ứng 0,1 g Na/l.

Cân 0,2542 g natri clorua (4.4) vào cốc 400 ml và hòa tan bằng 200 ml nước. Chuyển dung dịch vào bình định mức 1000 ml, định mức bằng nước và lắc đều.

1 ml dung dịch tiêu chuẩn này chứa 0,1 mg Na/l.

Bảo quản dung dịch trong bình polyetylen.

5. Thiết bị, dụng cụ

Chú thích:

1. Tất cả dụng cụ cần phải rửa bằng axit clohydric và sau đó bằng nước cất.
2. Tất cả dung dịch chuẩn và dung dịch đường chuẩn cần phải bảo quản trong bình nhựa.

Các thiết bị, dụng cụ phòng thí nghiệm thông thường và

- 5.1. Máy quang phổ ngọn lửa có cách tử với độ nhạy và độ chính xác phù hợp
- 5.2. Đèn đốt không khí - axetylen.
- 5.3. Bát bạch kim hoặc bằng bất kỳ vật liệu nào phù hợp để xử lý mẫu bằng axit flohydric, dung tích 300ml.
- 5.4. Cốc bằng vật liệu floplastic hoặc polytetrafloetylen, dung tích 250 ml đến 300 ml.

6. Cách tiến hành

6.1. Mẫu thử trắng

Trước khi tiến hành xử lý phần mẫu thử, cần khẳng định rằng tất cả thuốc thử sử dụng có giá trị đo trắng đối với phép xác định natri và kali trong từng trường hợp không lớn hơn ứng với 0,002% (m/m) hàm lượng kim loại kiềm có trong quặng hoặc tinh quặng.

6.2. Phân hủy phần mẫu thử

a) Đối với mẫu có hàm lượng sắt thấp

Cho 0,1 đến 0,5 g phần mẫu thử (tùy theo hàm lượng nguyên tố cần xác định) cho vào bát (5.3) và hòa tan trong hỗn hợp axit sau:

3 ml axit nitric (4.5), 10 ml axit flohydric (4.6) và 10 ml axit sunfuric (4.7).

Cô dung dịch cho đến khi không còn bốc khói axit sunfuric, sau đó để nguội. Tia rửa thành trong của bát bằng 10 đến 15 ml nước, thêm 1 ml axit sunfuric (4.7) và 10 đến 20 giọt hydro peoxit (4.8). Đun dung dịch để hòa tan mangan dioxit và để phân hủy hoàn toàn hydro peoxit dư.

b) Đối với mẫu có hàm lượng sắt cao

Cho 0,1 đến 0,5 g phần mẫu thử (tùy theo hàm lượng nguyên tố cần xác định) cho vào cốc (5.4) và hòa tan bằng 10 ml axit clohydric (4.9). Sau đó thêm 1 đến 2 ml axit nitric (4.5) và 5 đến 10 ml axit flohydric (4.6), tùy thuộc vào hàm lượng silic oxit. Thêm 5 ml axit pecloric (4.10), cô dung dịch cho đến khi bốc khói axit pecloric dày và để yên dung dịch 2 phút. Tia rửa thành trong của cốc bằng nước và lại cô tiếp cho đến khi bốc khói dày. Để nguội. Hòa tan cạn bằng 5 ml axit clohydric (4.9) và 10 đến 15 ml nước, trong khi đun nóng.

6.3. Chuẩn bị dung dịch cho phép đo phổ

Chuyển dung dịch thu được vào bình định mức 100 ml, thêm 2 ml dung dịch xesi nitrat (4.11), định mức bằng nước và lắc đều.

Nếu dung dịch đục, lọc qua giấy lọc trung bình, khô vào bình tam giác khô và bỏ một phần nước lọc ban đầu.

Tiến hành làm phép thử trắng như làm mẫu thử, để hiệu chỉnh hàm lượng natri và kali.

6.4. Phép đo phổ

Phun dung dịch thu được vào ngọn lửa không khí/axetylen của máy phổ (5.1) và đo độ phát xạ của kali ở bước sóng 766,5 đến 769,7 nm và của natri ở bước sóng 589,0 đến 589,6 nm.

Để loại trừ ảnh hưởng của áp suất khí, lặp lại phép đo và lấy giá trị trung bình.

Tính chuyển số đo độ phát xạ của dung dịch mẫu thử ra $\mu\text{g Na/ml}$ hoặc $\mu\text{g K/ml}$ theo đường chuẩn hoặc bằng phương pháp tính có trừ đi độ phát xạ của dung dịch trắng.

6.5. Dụng đường chuẩn

6.5.1. Song song với việc phân tích mẫu thử, tiến hành phân tích một loạt dung dịch chuẩn. Cách tiến hành như sau: Lấy một lượng dung dịch sắt (4.12) và dung dịch mangan (4.13) có hàm lượng tương đương với mẫu phân tích vào bát (5.3) hoặc cốc (5.4), sau đó thêm dung dịch chuẩn kali (4.14) và natri (4.15) trong khoảng nồng độ từ 0 đến 40 $\mu\text{g/ml}$.

Dung dịch trắng là dung dịch không thêm dung dịch chuẩn natri và kali.

Dụng cụ chuẩn theo số đo độ phát xạ sau khi đã trừ đi số đo độ phát xạ của dung dịch trắng và hàm lượng natri và kali tương ứng.

6.5.2. Để xác định hàm lượng natri và kali bằng phương pháp tính, so sánh độ phát xạ của dung dịch thử với giá trị của hai dung dịch chuẩn có được khi đo theo mục 6.5.1, độ phát xạ của dung dịch chuẩn thứ nhất không lớn hơn 10% và của dung dịch chuẩn thứ hai không nhỏ hơn 10% so với độ phát xạ của dung dịch thử.

7. Biểu thị kết quả

7.1. Tính kết quả

Hàm lượng natri (Na) hoặc kali (K), biểu thị bằng phần trăm khối lượng, được tính theo công thức (1):

$$\frac{C \times V \times K \times 100}{m \times 10^6} \quad (1)$$

Trong đó:

C là nồng độ natri hoặc kali trong dung dịch thử tính theo đường chuẩn hoặc từ công thức (2), tính bằng $\mu\text{g/ml}$;

V là thể tích dung dịch mẫu thử, tính bằng mililit;

m là khối lượng của phần mẫu thử, tính bằng gam;

K là hệ số tính chuyển hàm lượng natri và kali trên mẫu khô.

Giá trị C tính theo phương pháp tính, được xác định theo công thức sau:

$$C = C_1 + \frac{(C_2 - C_1) \times (b - b_1)}{b_2 - b_1} \quad (2)$$

Trong đó:

C_1 là lượng natri hoặc kali trong dung dịch chuẩn, tính bằng $\mu\text{g/ml}$ và nhỏ hơn trong dung dịch mẫu thử;

C_2 là lượng natri hoặc kali trong dung dịch chuẩn, tính bằng $\mu\text{g/ml}$ và lớn hơn trong dung dịch mẫu thử;

- b là độ phát xạ của dung dịch mẫu thử, đã được hiệu chỉnh so với độ phát xạ của dung dịch trắng;
- b₁ là độ phát xạ của dung dịch chuẩn chứa sắt và mangan và có nồng độ C₁, đã được hiệu chỉnh so với độ phát xạ của dung dịch trắng;
- b₂ là độ phát xạ của dung dịch chuẩn chứa sắt và mangan và có nồng độ C₂, đã được hiệu chỉnh so với độ phát xạ của dung dịch trắng.

7.2. Độ lệch cho phép của kết quả các lần xác định song song

7.2.1. Phép xác định hàm lượng kali

Bảng 1

Hàm lượng kali	Độ lệch cho phép	
	Ba lần đo song song	Hai lần đo song song
% (m/m)	% (m/m)	% (m/m)
0,05 đến 0,10	0,013	0,011
0,10 đến 0,20	0,021	0,018
0,20 đến 0,40	0,032	0,027
0,40 đến 0,80	0,050	0,042
0,80 đến 1,50	0,076	0,064
trên 1,50	0,120	0,100

7.2.2. Phép xác định hàm lượng natri

Bảng 2

Hàm lượng natri	Độ lệch cho phép	
	Ba lần đo song song	Hai lần đo song song
% (m/m)	% (m/m)	% (m/m)
0,02 đến 0,05	0,008	0,007
0,05 đến 0,10	0,013	0,011
0,10 đến 0,20	0,021	0,018
0,20 đến 0,40	0,032	0,027
0,40 đến 0,80	0,050	0,042
0,80 đến 1,50	0,076	0,064

Tiêu chuẩn ngành

16 TCN 984: 2006 - (ISO 7953: 1985)

16 TCN 984: 2006

ISO 7953: 1985

Ban hành lần 1

QUẶNG VÀ TINH QUẶNG MANGAN

**XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CANXI VÀ MAGIÊ
PHƯƠNG PHÁP QUANG PHỔ
HẤP THỤ NGUYÊN TỬ NGỌN LỬA**

**MANGANESE ORES AND CONCENTRATES
DETERMINATION OF CALCIUM AND MAGESIUM CONTENT
FLAME ATOMIC ABSORTION SPECTROMETRIC METHOD**

09673072

QUẶNG VÀ TINH QUẶNG MANGAN

XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CANXI VÀ MAGIÊ PHƯƠNG PHÁP QUANG PHỔ HẤP THỤ NGUYÊN TỬ NGỌN LỬA

**MANGANESE ORES AND CONCENTRATES
DETERMINATION OF CALCIUM AND MAGESIUM CONTENT
FLAME ATOMIC ABSORTION SPECTROMETRIC METHOD**

09673072

QUẶNG VÀ TINH QUẶNG MANGAN - Xác định hàm lượng canxi và magiê - Phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa

Manganese ores and concentrates - Determination of calcium and magnesium content - Flame atomic absorption spectrometric method

1. Phạm vi và lĩnh vực áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử có ngọn lửa để xác định hàm lượng canxi và/hoặc magiê trong quặng và tinh quặng mangan.

Phương pháp này áp dụng cho các sản phẩm có hàm lượng canxi từ 0,01% (m/m) đến 15% (m/m) và hàm lượng magiê từ 0,01% (m/m) đến 4% (m/m).

Tiêu chuẩn này được sử dụng kết hợp với ISO 4297.

2. Tiêu chuẩn trích dẫn

16 TCN 978: 2006 - (ISO 4296/1), Quặng mangan - Lấy mẫu - Phần 1: Lấy mẫu đơn.

16 TCN 979: 2006 - (ISO 4296/2), Quặng mangan - Lấy mẫu - Phần 2: Chuẩn bị mẫu.

ISO 4297, Quặng và tinh quặng mangan - Các phương pháp phân tích hóa - Các hướng dẫn chung.

3. Nguyên tắc

Phân hủy phần mẫu thử bằng axit clohydric và axit nitric. Sau khi cô và loại nước, lọc cặn và giữ dung dịch làm dung dịch chính.

Đốt giấy lọc và cặn. Xử lý bằng axit flohydric và axit sunfuric. Nung với hỗn hợp chất trợ chảy. Hòa tan khối chảy bằng axit clohydric và gộp dung dịch thu được vào dung dịch chính.

Phun dung dịch vào ngọn lửa dinitơ oxit/axetylen của máy quang phổ hấp thụ nguyên tử với sự có mặt của lantan để xác định canxi và ngọn lửa không khí/axetylen để xác định magiê.

So sánh độ hấp thụ của canxi và/hoặc magiê với dung dịch đường chuẩn.

Chú thích: Khi sử dụng ngọn lửa dinitơ oxit để xác định magiê, độ nhạy giảm khoảng 3 lần.

4. Thuốc thử

Tất cả dung dịch chuẩn cần được bảo quản trong bình nhựa polyetylen.

Bất kỳ một vết oxy hóa nào có trên bề mặt của kim loại mangan và magiê cần phải loại bỏ bằng cách rửa với axit clohydric loãng, nước và axeton trước khi sấy khô và cân.

4.1. Axit clohydric, ρ 1,19 g/ml.

4.2. Axit clohydric, pha loãng 1+1.

4.3. Axit clohydric, pha loãng 1+50.

4.4. Axit nitric, ρ 1,40 g/ml.

4.5. Axit sunfuric, ρ 1,84 g/ml, pha loãng 1+1.

4.6. Axit flohydric, ρ 1,14 g/ml.

4.7. Hỗn hợp chất chảy, gồm 3 phần khối lượng kali cacbonat và 1 phần khối lượng axit boric.

4.8. Dung dịch nền.

Hòa tan 12,50 g kim loại mangan [độ sạch 99,95% (m/m)], 1,25 g kim loại [độ sạch > 99,9% (m/m)], 18,75g kali cacbonat và 6,25g axit boric bằng 625 ml axit clohydric (4.2) và 25 ml axit nitric (4.4), có đun nóng. Để nguội, chuyển vào bình định mức 1000 ml, định mức bằng nước và lắc đều.

4.9. Dung dịch lantan clorua, chứa 100 g La/l.

Hòa tan 26,6 g lantan clorua ngậm bảy nước ($\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) trong nước và pha loãng bằng nước đến 100 ml, lắc đều.

1 ml dung dịch này chứa 0,1g La.

4.10. Canxi, dung dịch tiêu chuẩn tương ứng 50 mg Ca/l.

Hòa tan 2,4975 g canxi cacbonat (đã sấy khô ở 200°C) trong 50 ml axit clohydric 1+4, trong khi đun nóng. Khi đã tan hoàn toàn, làm nguội, pha loãng bằng nước trong bình định mức 1000 ml đến vạch mức và lắc đều.

Lấy 25 ml dung dịch trên vào bình định mức 500 ml, định mức bằng nước và lắc đều.

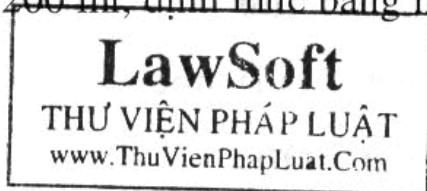
1 ml dung dịch tiêu chuẩn này chứa 50 μg Ca.

4.11. Magiê, dung dịch tiêu chuẩn tương ứng 25 mg Mg/l.

Hòa tan 1,0000 g kim loại magiê [độ sạch 99,95% (m/m)] bằng 20 ml axit clohydric (4.2), trong khi đun nóng. Khi đã tan hoàn toàn, để nguội, pha loãng bằng nước trong bình định mức 1000 ml đến vạch mức và lắc đều.

Lấy 5 ml dung dịch trên vào bình định mức 200 ml, định mức bằng nước và lắc đều.

1 ml dung dịch này chứa 25 μ g Mg.



5. Thiết bị và dụng cụ

Các thiết bị và dụng cụ phòng thí nghiệm thông thường và

5.1. Chén bạch kim

5.2. Máy quang phổ hấp thụ nguyên tử có ngọn lửa, trang bị đầu đốt không khí/axetylen và dinitơ oxit/axetylen.

Máy quang phổ hấp thụ nguyên tử dùng cho phương pháp này cần thỏa mãn những yêu cầu sau:

a) Độ nhạy tối thiểu: Độ hấp thụ của dung dịch tiêu chuẩn có nồng độ cao nhất (xem 7.4) tối thiểu phải bằng 0.3;

b) Độ tuyến tính của đường chuẩn: Độ dốc của đường chuẩn ở 20% vùng nồng độ cao nhất (biểu thị bằng sự thay đổi độ hấp thụ) không nhỏ hơn 0,7 giá trị của độ dốc ở 20% vùng nồng độ thấp nhất được đo cùng một cách;

c) Độ ổn định cực tiêu: Độ lệch chuẩn của độ hấp thụ của dung dịch đường chuẩn có nồng độ cao nhất và độ lệch chuẩn độ hấp thụ của dung dịch đường chuẩn zero được tính từ số liệu của số lần đo lặp lại đủ lớn, tương ứng phải nhỏ hơn 1,5% và 0,5% của giá trị độ hấp thụ trung bình của dung dịch đặc nhất.

Máy quang phổ hấp thụ nguyên tử cần được nối với một máy ghi và/hoặc công ra hiện số và có khả năng đo hấp thụ tại những bước sóng sau:

Canxi 422,7 nm

Magiê 285,2 nm

6. Lấy mẫu và mẫu thử

Lấy mẫu quặng mangan, xem 16 TCN 978: 2006 - (ISO 4296/1). Chuẩn bị mẫu thử, xem 16 TCN 979: 2006 - (ISO 4296/2).

7. Cách tiến hành

Cảnh báo: Cần tuân thủ theo hướng dẫn sử dụng của nhà sản xuất khi bật và tắt ngọn lửa dinitơ oxit/axetylen để tránh hiện tượng nổ nguy hiểm có thể xảy ra. Đeo kính bảo hiểm khi ngọn lửa đang cháy.

7.1. Phần mẫu thử

Cân khoảng 2 g mẫu thử.

7.2. Xử lý mẫu thử

7.2.1. Phân hủy phần mẫu thử

Đưa phần mẫu thử (7.1) vào cốc 250 ml, tẩm ướt bằng vài giọt nước và hòa tan bằng 40 ml axit clohydric (4.2), trong khi đun nóng.

Sau khi mẫu tan, thêm 2 ml axit nitric (4.4), đun dung dịch cho đến hết khói nitơ oxit và cô cho đến khô.

Thêm 10 ml axit clohydric (4.1) vào cặn và cô lại dung dịch cho đến khô. Đun muối trên bếp điện ở 130⁰C từ 40 đến 60 phút. Sau khi nguội, thêm 20 ml axit clohydric (4.1), đun để hòa tan muối, thêm 50 đến 60 ml nước nóng và lọc qua giấy lọc trung có bột giấy lọc [trước đó đã được rửa bằng axit clohydric (4.3) nóng và nước].

Dùng đĩa thủy tinh bọc cao su hoặc giấy lọc ướt để chuyển cẩn thận tất cả cặn dính ở thành cốc vào phễu. Tia rửa phễu và cặn ba hoặc bốn lần bằng axit clohydric (4.3), sau đó vài lần bằng nước nóng và giữ lại nước lọc (dung dịch chính).

7.2.2. Xử lý cặn

Chuyển giấy lọc và cặn vào chén bạch kim (5.1) và đốt ở 500 đến 600⁰C. Để nguội, tẩm ướt bằng vài giọt nước, thêm 1 ml axit sunfuric (4.5), 5 đến 10 ml axit flohydric (4.6) và cô cho đến bốc hết khói của axit sunfuric. Nung cặn ở 400 đến 500⁰C, để nguội, thêm 2,0 g hỗn hợp chảy (4.7) vào cặn và đốt trên đèn Meker hoặc nung trong lò muf cho đến khi thu được khối chảy hoàn toàn trong suốt (khoảng 1000⁰C trong 5 phút).

Hòa tan khối chảy bằng 10 ml axit clohydric (4.2) trong cốc 200 ml, trong khi đun nóng, lấy chén ra và tia rửa chén (thể tích dung dịch rửa không được vượt quá 50 ml).

Gộp dung dịch rửa này với dung dịch chính (7.2.1).

Chú thích: Nếu ở bước này dung dịch vẫn đục thì cần lọc bằng giấy lọc có bột giấy và rửa bằng axit clohydric (4.3) nóng và nước.

7.2.3. Chuẩn bị dung dịch thử

Chuyển dung dịch thu được (7.2.2) vào bình định mức 200 ml, định mức bằng nước và lắc đều. Lấy một phần thích hợp dung dịch này (xem Bảng 1) vào bình định mức 100 ml hoặc 200 ml, thêm một lượng dung dịch lantan clorua (4.9) và dung dịch nền đã chỉ dẫn ở bảng 1; định mức bằng nước và lắc đều.

7.3. Chuẩn bị phép thử trắng

Để chuẩn bị dung dịch thử trắng, hòa tan 1 g mangan [độ sạch 99,95% (m/m)] và 0,1 g sắt [độ sạch > 99,9% (m/m)] bằng 40 ml axit clohydric (4.2) trong cốc 200 ml. Tiến hành phép thử trắng như làm mẫu phân tích.

7.4. Chuẩn bị dãy dung dịch đường chuẩn

7.4.1. Dung dịch đường chuẩn canxi và dung dịch đường chuẩn magiê

Từ dung dịch chuẩn canxi (4.10) và dung dịch chuẩn magiê (4.11) chuẩn bị dung dịch đường chuẩn như sau:

Mỗi dãy dùng một loạt bình định mức 100 ml để đựng dung dịch chuẩn canxi (4.10) và dung dịch chuẩn magiê (4.11) theo bảng 2, thêm 5 ml dung dịch lantan clorua (4.9) và 20 ml dung dịch nền (4.8), định mức bằng nước và lắc đều.

Chú thích: Phạm vi nồng độ của canxi và magiê có thể thay đổi theo thiết bị. Cần lưu ý đến giá trị cực tiểu nêu ở 5.2. Đối với thiết bị có độ nhạy cao, có thể dùng lượng nhỏ dung dịch tiêu chuẩn hoặc pha loãng dung dịch tiêu chuẩn nhiều lần.

7.4.2. Dung dịch đường chuẩn zerô.

Lấy 20 ml dung dịch nền (4.8) vào bình định mức 100 ml, thêm 5 ml dung dịch lantan clorua (4.9), định mức bằng nước và lắc đều.

Bảng 1 - Chỉ dẫn pha loãng đối với dung dịch thử

Ng. tố	Hàm lượng ước tính nguyên tố trong mẫu	Phần dung dịch thử I	Pha loãng đến thể tích .I	Phần dung dịch thử .II	Pha loãng đến thể tích .II	Dung dịch LaCl ₃ (4.9) cho thêm	Dung dịch nền (4.8) cho thêm	Hàm lượng nguyên tố đo được trong dung dịch
	%(m/m)	ml	ml	ml	ml	ml	ml	µg/ml
Ca	0,01 đến 0,1	50	100	-	-	5	0	0,5 đến 5,0
	0,1 đến 0,5	25	100	-	-	5	10	2,5 đến 12,5
	0,5 đến 2,5	10	200	-	-	10	36	2,5 đến 12,5
	2,5 đến 5,0	20	100	10	100	5	19	5,0 đến 10,0
	5,0 đến 15,0	20	200	20	200	10	38	5,0 đến 15,0
Mg	0,01 đến 0,02	50	100	-	-	5	0	0,5 đến 1,0
	0,02 đến 0,05	25	100	-	-	5	10	0,5 đến 1,25
	0,05 đến 0,2	10	100	-	-	5	16	0,5 đến 2,0
	0,2 đến 0,4	5	100	-	-	5	18	1,0 đến 2,0
	0,4 đến 1,0	20	100	10	100	5	19	0,8 đến 2,0
	1,0 đến 2,0	20	200	20	200	10	38	1,0 đến 2,0
	2,0 đến 4,0	20	200	10	200	10	39	1,0 đến 2,0

Bảng 2 - Chuẩn bị dung dịch đường chuẩn Ca và Mg

Ca				Mg	
Hàm lượng ước tính trong mẫu [% (m/m)]				Hàm lượng ước tính trong mẫu [% (m/m)]	
0,01 đến 0,1		0,1 đến 15		0,01 đến 4	
Dung dịch tiêu chuẩn 50 mg/l (4.10)	Hàm lượng trong dung dịch đường chuẩn	Dung dịch tiêu chuẩn 50 mg/l (4.10)	Hàm lượng trong dung dịch đường chuẩn	Dung dịch tiêu chuẩn 25 mg/l (4.11)	Hàm lượng trong dung dịch đường chuẩn
ml	µg/ml	ml	µg/ml	ml	µg/ml
1	0,5	2	1,0	2	0,5
2	1,0	4	2,0	3	0,75
3	1,5	6	3,0	4	1,0
6	3,0	10	5,0	6	1,5
10	5,0	20	10,0	8	2,0
		30	15,0		

7.5. Đường chuẩn và phép đo.

7.5.1. Điều chỉnh máy quang phổ hấp thụ nguyên tử.

Tối ưu hóa thông số thiết bị như đã được mô tả ở 5.2. Đặt bước sóng cho canxi (422,7 nm) hoặc cho magiê (285,2 nm) để có được độ hấp thụ cực tiểu. Sau 10 phút nung nóng đầu đốt, chỉnh nhiên liệu và đầu đốt để có độ hấp thụ cực đại trong khi phun dung dịch đường chuẩn có nồng độ cao nhất vào ngọn lửa (xem 7.4.1).

Phun nước và dung dịch đường chuẩn để thiết lập được độ hấp thụ ổn định và sau đó chỉnh độ hấp thụ của nước về zero.

7.5.2. Đo phổ.

Phun nước cho đến khi đọc được độ hấp thụ ban đầu của nước. Phun dung dịch đường chuẩn và dung dịch thử cuối cùng theo thứ tự độ hấp thụ tăng dần, bắt đầu với dung dịch thử trắng, dung dịch đường chuẩn zerô (7.4.2) và dung dịch thử cuối cùng được phun tại điểm thích hợp trong dãy. Khi đã có được sự ổn định cho từng dung dịch, ghi số đọc được. Phun nước vào giữa mỗi lần đo dung dịch đường chuẩn và dung dịch thử. Lặp lại phép đo ít nhất hai lần.

Nếu cần thiết, chuyển giá trị trung bình của số đo mỗi dung dịch đường chuẩn thành độ hấp thụ. Tính độ hấp thụ thực của mỗi dung dịch đường chuẩn bằng cách trừ đi độ hấp thụ trung bình của dung dịch đường chuẩn zerô. Tương tự, tính độ hấp thụ thực của dung dịch thử bằng cách trừ đi độ hấp thụ của dung dịch trắng. Dụng đường chuẩn theo giá trị độ hấp thụ thực của dung dịch đường chuẩn và khối lượng μg Ca/ml hoặc μg Mg/ml.

Tính chuyển giá trị độ hấp thụ thực của dung dịch thử ra μg Ca/ml hoặc μg Mg/ml theo đường chuẩn.

8. Biểu thị kết quả

8.1. Tính kết quả.

Hàm lượng canxi hoặc magiê, biểu thị bằng phần trăm khối lượng, được tính theo công thức:

$$\frac{\rho \times V}{m \times 10^4} \times K$$

Trong đó:

ρ là nồng độ canxi hoặc magiê trong dung dịch thử, tính bằng $\mu\text{g}/\text{ml}$;

V là thể tích dung dịch thử cuối cùng, tính bằng mililit;

m là khối lượng mẫu trong dung dịch thử, tính bằng gam;

K là hệ số tính chuyển hàm lượng canxi hoặc magiê trên mẫu khô.

8.2. Độ lệch cho phép của kết quả các lần xác định song song

Bảng 3 - Độ lệch cho phép đối với hàm lượng canxi

Hàm lượng canxi	Độ lệch cho phép	
	Ba lần đo song song	Hai lần đo song song
% (m/m)	% (m/m)	% (m/m)
0,01 đến 0,10	0,007	0,006
0,10 đến 0,25	0,03	0,025
0,25 đến 0,50	0,08	0,07
0,50 đến 1,0	0,12	0,10
1,0 đến 2,0	0,17	0,15
2,0 đến 5,0	0,25	0,20
5,0 đến 8,0	0,35	0,30
8,0 đến 15,0	0,45	0,40

Bảng 4 - Độ lệch cho phép đối với hàm lượng magiê

Hàm lượng magiê	Độ lệch cho phép	
	Ba lần đo song song	Hai lần đo song song
% (m/m)	% (m/m)	% (m/m)
0,01 đến 0,05	0,006	0,005
0,05 đến 0,25	0,012	0,01
0,25 đến 0,5	0,06	0,05
0,5 đến 1,0	0,09	0,07
1,0 đến 2,0	0,12	0,10
2,0 đến 4,0	0,15	0,12

09673072

Tiêu chuẩn ngành**16 TCN 985: 2006 - (ISO 5889-1983)**

16 TCN 985: 2006**(ISO 5889-1983)**

Ban hành lần 1

QUẶNG VÀ TINH QUẶNG MANGAN**XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG NHÔM, ĐỒNG, CHÌ VÀ KẼM
PHƯƠNG PHÁP QUANG PHỔ
HẤP THỤ NGUYÊN TỬ NGỌN LỬA****MANGANESE ORES AND CONCENTRATES
DETERMINATION OF ALUMINIUM, COPPER, LEAD AND ZINC
CONTENTS FLAME ABSORPTION SPECTROMETRIC METHOD**

09673072

LawSoft * Tel: +84-8-3845 6684 * www.ThuVienPhapLuat.com

HÀ NỘI - 2006

QUẶNG VÀ TINH QUẶNG MANGAN

**XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG NHÔM, ĐỒNG, CHÌ VÀ KẼM
PHƯƠNG PHÁP QUANG PHỔ
HẤP THỤ NGUYÊN TỬ NGỌN LỬA**

MANGANESE ORES AND CONCENTRATES
DETERMINATION OF ALUMINIUM, COPPER, LEAD AND ZINC
CONTENTS FLAME ABSORPTION SPECTROMETRIC METHOD

09673072

QUẶNG VÀ TINH QUẶNG MANGAN - Xác định hàm lượng nhôm, đồng, chì và kẽm - Phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa.

Manganese ores and concentrates - Determination of aluminium, copper, lead and zinc contents - Flame absorption spectrometric method.

1. Phạm vi và lĩnh vực áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử có ngọn lửa để xác định hàm lượng nhôm, đồng, chì và kẽm trong quặng và tinh quặng mangan.

Tiêu chuẩn này áp dụng cho vùng hàm lượng:

Nhôm: 0,1 - 4,0% (m/m);

Đồng: 0,005 - 1,0% (m/m);

Chì: 0,005 - 1,0% (m/m);

Kẽm: 0,005 - 0,25% (m/m).

Tiêu chuẩn này được sử dụng kết hợp với *ISO 4297*.

2. Tiêu chuẩn trích dẫn

16 TCN 978: 2006 - (ISO 4296/1), Quặng mangan - Lấy mẫu - Phần 1: Lấy mẫu đơn.

16 TCN 979: 2006 - (ISO 4296/2), Quặng mangan - Lấy mẫu - Phần 2: Chuẩn bị mẫu.

ISO 4297, Quặng và tinh quặng mangan - Các phương pháp phân tích hóa - Các hướng dẫn chung.

3. Nguyên tắc

Phân hủy phân mẫu thử bằng axit clohydric và nitric. Sau khi cô, lọc cặn và giữ dung dịch lọc làm dung dịch chính. Nung giấy lọc có chứa cặn. Xử lý với axit flohydric và axit sunfuric. Nung cặn với hỗn hợp chảy. Hòa tan khối chảy bằng axit clohydric, và gộp phần dung dịch thu được với dung dịch chính.

Phun dung dịch vào ngọn lửa của máy quang phổ hấp thụ nguyên tử, sử dụng đầu đốt không khí/exetylen để đo đồng, chì và kẽm và đầu đốt dinitơ oxit/exetylen để đo nhôm.

So sánh giá trị độ hấp thụ nhận được với giá trị độ hấp thụ của dung dịch đường chuẩn.

4. Thuốc thử

4.1. Hỗn hợp chảy: 3 phần khối lượng kali cacbonat và 1 phần khối lượng axit boric.

4.2. Axit nitric, ρ 1,40 g/ml.

4.3. Axit sunfuric, ρ 1,84 g/ml.

4.4. Axit clohydric, ρ 1,19 g/m.

4.5. Axit flohydric, 40 % (m/m), ρ 1,14 g/ml.

4.6. Axit clohydric, dung dịch 1+1.

4.7. Axit clohydric, dung dịch 1+50.

4.8. Nhôm, dung dịch tiêu chuẩn tương ứng 1g Al/l.

Hòa tan 0,5000 g nhôm sạch (99,99%) trong 25 ml axit clohydric (4.4), trong khi đun nóng. Sau khi tan hết, để nguội, chuyển vào bình định mức 500 ml, định mức bằng nước và lắc đều.

1 ml dung dịch tiêu chuẩn này chứa 1 mg Al.

4.9. Chì, dung dịch tiêu chuẩn tương ứng 1g Pb/l.

Hòa tan 1,0000 g chì sạch (99,999%) trong 10 ml axit nitric (4.2) pha loãng 1+4, trong khi đun nóng. Sau khi tan hết, để nguội, chuyển vào bình định mức 1000 ml, định mức bằng nước và lắc đều.

1 ml dung dịch tiêu chuẩn này chứa 1 mg Pb.

4.10. Chì, dung dịch tiêu chuẩn tương ứng 0,05g Pb/l.

Cho 25 ml dung dịch chì tiêu chuẩn (4.9) vào bình định mức 500 ml, định mức bằng nước và lắc đều.

1 ml dung dịch tiêu chuẩn này chứa 0,05 mg Pb.

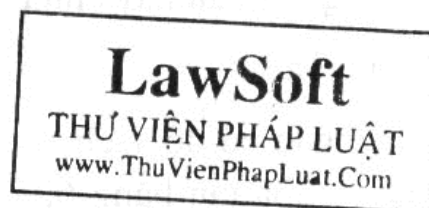
4.11. Đồng, dung dịch tiêu chuẩn tương ứng 0,1g Cu/l.

Hòa tan 0,1000 g đồng sạch (99,99%) bằng 5 ml axit nitric (4.2), trong khi đun nóng. Sau khi tan hết, để nguội, chuyển vào bình định mức 1000 ml, định mức bằng nước và lắc đều.

1 ml dung dịch tiêu chuẩn này chứa 0,1 mg Cu.

4.12. Kẽm, dung dịch tiêu chuẩn tương ứng 0,1g Zn/l.

Hòa tan 0,1000 g kẽm sạch (99,99%) bằng 10 ml axit clohydric (4.6), trong khi



09673072

đun nóng. Sau khi tan hết, để nguội, chuyển vào bình định mức 1000 ml, định mức bằng nước và lắc đều.

1 ml dung dịch tiêu chuẩn này chứa 0,1 mg Zn.

4.13. Dung dịch nền

Cân 12,50 g mangan có độ sạch cao và 1,25 g sắt kim loại có độ sạch cao, cho vào cốc 1500 ml và hòa tan bằng 625 ml axit clohydric (4.6) và 25 ml axit nitric (4.2), trong khi đun nóng. Thêm 18,75 g kali cacbonat và 6,25g axit boric và đun nóng cho tan. Để nguội, chuyển vào bình định mức 1000 ml, định mức bằng nước và lắc đều.

Chú thích: Dung dịch nền tuyệt đối không được có các nguyên tố cần xác định.

4.14. Dung dịch đường chuẩn nhôm, đồng, chì và kẽm.

Từ dung dịch tiêu chuẩn Cu (4.11), Pb (4.9, 4.10), Zn (4.12) và Al (4.8) chuẩn bị dung dịch đường chuẩn như sau:

Hút 40 ml dung dịch nền (4.13) vào từng bình định mức 100 ml. Thêm thể tích dung dịch tiêu chuẩn Cu (4.11), Pb (4.9, 4.10), Zn (4.12) và Al (4.8) như đã chỉ ra ở bảng 1, định mức bằng nước và lắc đều. (Xem chú thích ở bảng 1).

Bảng 1 - Dung dịch tiêu chuẩn thêm vào để chuẩn bị dung dịch đường chuẩn

Al		Cu		Pb				Zn	
Dung dịch tiêu chuẩn	Nồng độ dung dịch đường chuẩn	Dung dịch tiêu chuẩn	Nồng độ dung dịch đường chuẩn	Dung dịch tiêu chuẩn	Nồng độ dung dịch đường chuẩn	Dung dịch tiêu chuẩn	Nồng độ dung dịch đường chuẩn	Dung dịch tiêu chuẩn	Nồng độ dung dịch đường chuẩn
1mg/ml (4.8)	đường chuẩn	0,1 mg/ml (4.11)	đường chuẩn	1mg/ml (4.9)	đường chuẩn	0,05 mg/ml (4.10)	đường chuẩn	0,1 mg/ml (4.12)	đường chuẩn
ml	µg/ml	ml	µg/ml	ml	µg/ml	ml	µg/ml	ml	µg/ml
0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
1,0	10	1,0	1,0	1,0	10	1,0	0,5	1,0	1,0
2,5	25	2,5	2,5	2,5	25	2	1	1,5	1,5
5,0	50	5,0	5,0	5,0	50	6	3	2,0	2,0
10,0	100	7,5	7,5	7,5	75	14	7	2,5	2,5
15,0	150	10,0	10,0	10,0	100	20	10	3,0	3,0

Chú thích: Vùng hàm lượng các nguyên tố có thể thay đổi tùy theo thiết bị. Cần đặc biệt lưu ý đến giá trị cực tiểu nêu ở mục 5.2. Đối với thiết bị có độ nhạy cao, thì có thể dùng lượng dung dịch tiêu chuẩn nhỏ hơn hoặc pha loãng dung dịch tiêu chuẩn.

5. Thiết bị, dụng cụ

Các thiết bị và dụng cụ phòng thí nghiệm thông thường và

5.1. Chén bạch kim.

5.2. Máy quang phổ hấp thụ nguyên tử, có trang bị đầu đốt không khí/exetylen và dinitơ oxit/exetylen.

Máy cần thỏa mãn những yêu cầu sau:

a) Độ nhạy tối thiểu: Độ hấp thụ của dung dịch tiêu chuẩn có nồng độ cao nhất (xem 7.4) tối thiểu phải bằng 0,3;

b) Độ tuyến tính của đường chuẩn: Độ dốc của đường chuẩn ở 20% vùng nồng độ cao nhất (biểu thị bằng sự thay đổi độ hấp thụ) không nhỏ hơn 0,7 giá trị của độ dốc ở 20% vùng nồng độ thấp nhất được đo cùng một cách;

c) Độ ổn định cực tiểu: Độ lệch chuẩn của độ hấp thụ của dung dịch đường chuẩn có nồng độ cao nhất và độ lệch chuẩn của độ hấp thụ của dung dịch đường chuẩn zero được tính từ số liệu của số lần đo lặp lại đủ lớn, tương ứng phải nhỏ hơn 1,5% và 0,5% của giá trị độ hấp thụ trung bình của dung dịch đặc nhất.

Máy quang phổ hấp thụ nguyên tử cần được nối với một máy ghi và/hoặc công ra hiện số và có khả năng đo được hấp thụ tại những bước sóng sau:

Nhôm	309,3 nm
Đồng	324,8 nm
Chì	283,3 nm
Kẽm	213,8 nm

6. Lấy mẫu

Lấy mẫu quặng mangan, xem 16 TCN 978: 2006 - (ISO 4296/1). Chuẩn bị mẫu, xem 16 TCN 979: 2006 - (ISO 4296/2).

7. Phương pháp tiến hành

7.1. Biện pháp an toàn

Tuân thủ theo hướng dẫn sử dụng của nhà sản xuất khi bật và tắt ngọn lửa dinitơ oxit - exetylen để tránh hiện tượng nổ nguy hiểm có thể xảy ra. Đeo kính bảo hiểm khi ngọn lửa đang cháy.

7.2. Phần mẫu thử

Cân khoảng 2 g mẫu thử.

7.3. Cách tiến hành

7.3.1. Phân hủy phần mẫu thử

Đưa phần mẫu thử (7.2) vào cốc 200 ml, tắm ướt bằng nước, hòa tan bằng 40 ml axit clohydric (4.6), trong khi đun nóng và duy trì thể tích không đổi bằng cách thêm nước. Sau khi mẫu tan, thêm 2 ml axit nitric (4.2), đun sôi dung dịch cho đến hết khối nitơ oxit, sau đó cô cho đến khô. Thêm 10 ml axit clohydric (4.4) vào cặn và cô lại cho đến khô. Hòa tan muối bằng cách đun nóng với 10 ml axit clohydric (4.4) và thêm 20 ml nước nóng. Lọc cặn qua giấy lọc trung bình có bột giấy lọc [trước đó đã được rửa bằng axit clohydric (4.7) nóng và nước]. Dùng đĩa thủy tinh bọc cao su để chuyển cẩn thận tất cả chất rắn dính ở thành cốc vào phễu và tia rửa cốc bằng nước. Tia rửa giấy lọc và cặn bằng axit clohydric (4.7) nóng, sau đó bằng nước nóng cho đến hết màu vàng trên giấy lọc. Giữ lại nước lọc (dung dịch chính).

7.3.2. Xử lý cặn

Chuyển giấy lọc và cặn vào chén bạch kim (5.1). Nung giấy lọc và cặn ở nhiệt độ dưới 600°C. Để nguội, tắm ướt bằng hai hoặc ba giọt nước, thêm 1 ml axit sunfuric (4.3) và 5 đến 10 ml axit flohydric (4.5). Cô từ từ để loại silic oxit và sau đó đun bốc khối để loại axit sunfuric dư. Nung cặn ở khoảng 600°C. Để nguội, thêm 2,0 g hỗn hợp chảy (4.1) vào cặn và đốt trên đèn Mecker hoặc nung trong lò muf. Giữ ở nhiệt độ 1000°C trong 5 phút.

Để nguội, chuyển chén chứa khối chảy vào cốc 200 ml ban đầu, thêm 10 ml axit clohydric (4.6) và hòa tan khối chảy, trong khi đun nóng. Lấy chén ra và tia rửa chén (thể tích dung dịch rửa không vượt quá 50 ml).

Gộp dung dịch thu được với dung dịch chính (7.3.1), nếu thấy cặn, lọc qua giấy lọc trung bình có bột giấy lọc [trước đó đã được rửa bằng axit clohydric (4.7) nóng và nước].

7.3.3. Chuẩn bị dung dịch thử

Chuyển dung dịch (7.3.2) vào bình định mức 200 ml, định mức bằng nước và lắc đều.

Sử dụng dung dịch này cho hàm lượng nhôm đến 1,50% (m/m), đồng đến 0,1% (m/m), chì cho tất cả vùng hàm lượng và kẽm đến 0,025% (m/m).

Đối với hàm lượng nhôm trên 1,5% (m/m), kẽm trên 0,025% (m/m) và đồng trên 0,1% (m/m) thì lấy một phần thích hợp dung dịch này (xem bảng 2) cho vào bình định mức 100 ml, thêm một lượng tương ứng dung dịch nền (4.13), định mức bằng nước và lắc đều.

Bảng 2 - Chỉ dẫn pha loãng cho dung dịch thử

Nguyên tố	Hàm lượng nguyên tố trong mẫu ước tính	Phần dung dịch	Dung dịch nền (4.13) cho thêm	Hàm lượng nguyên tố đo được trong dung dịch
	% (m/m)	ml	ml	µg/ml
Al	0,1 đến 1,5	-	-	10 đến 150
	1,5 đến 3,0	50	20	75 đến 150
	3,0 đến 4,0	25	30	75 đến 100
Zn	0,005 đến 0,025	-	-	0,5 đến 2,5
	0,025 đến 0,05	50	20	1,25 đến 2,5
	0,05 đến 0,1	20	32	1,0 đến 2,0
	0,1 đến 0,25	10	36	1,0 đến 2,5
Cu	0,005 đến 0,1	-	-	0,5 đến 10
	0,1 đến 1,0	10	36	1,0 đến 10

Để chuẩn bị dung dịch trắng, hòa tan 1 g mangan có độ sạch cao và 0,1 g sắt có độ sạch cao bằng 40 ml axit clohydric (4.6) trong cốc 200 ml. Tiến hành phép thử trắng qua tất cả các bước như làm mẫu thử.

7.3.4. Điều chỉnh máy quang phổ hấp thụ nguyên tử

Tối ưu hóa thiết bị như đã được mô tả ở 5.2. Đặt bước sóng cho:

Nhôm	309,3 nm,
Đồng	324,8 nm,
Chì	283,3 nm,
Kẽm	213,8 nm,

để có được độ hấp thụ cực tiểu. Hỗn hợp khí dinitơ oxit/axetylen (với đầu đốt phù hợp) được dùng để xác định nhôm và hỗn hợp không khí/axetylen được dùng để xác định đồng, chì và kẽm. Sau 10 phút nung nóng đầu đốt, chỉnh nhiên liệu và đầu đốt để có độ hấp thụ cực đại trong khi phun dung dịch đường chuẩn có nồng độ cao nhất (xem 4.14).

Phun nước và dung dịch đường chuẩn để có được độ hấp thụ ổn định và điều chỉnh số đọc ban đầu của nước bằng zero.

7.3.5. Đo độ hấp thụ

Phun nước cho đến khi nhận được số đọc ban đầu. Phun dung dịch đường chuẩn và dung dịch thử cuối cùng theo thứ tự độ hấp thụ tăng dần, bắt đầu với dung dịch thử trắng, dung dịch đường chuẩn zero và dung dịch thử cuối cùng được phun tại thời điểm thích hợp trong dãy. Khi đã có được sự ổn định cho từng dung dịch, ghi số đọc được. Phun nước vào giữa mỗi lần đo dung dịch đường chuẩn và dung dịch thử. Lặp lại phép đo ít nhất hai lần.

Nếu cần thiết, chuyển giá trị trung bình của số đo mỗi dung dịch đường chuẩn thành độ hấp thụ. Tính độ hấp thụ thực của mỗi dung dịch đường chuẩn bằng cách trừ đi độ hấp thụ trung bình của dung dịch đường chuẩn zero. Tương tự, ta tính độ hấp thụ thực của dung dịch thử bằng cách trừ đi độ hấp thụ của dung dịch trắng.

Dụng đường chuẩn theo giá trị độ hấp thụ thực của dung dịch đường chuẩn và khối lượng $\mu\text{g Al/ml}$, $\mu\text{g Cu/ml}$, $\mu\text{g Pb/ml}$ và $\mu\text{g Zn/ml}$. Từ đường chuẩn tính chuyển giá trị độ hấp thụ thực của dung dịch thử ra hàm lượng, tính theo $\mu\text{g Al/ml}$, $\mu\text{g Cu/ml}$, $\mu\text{g Pb/ml}$ và $\mu\text{g Zn/ml}$.

8. Biểu thị kết quả

8.1. Tính kết quả

Hàm lượng nhôm (Al), đồng (Cu), chì (Pb) hoặc kẽm (Zn), biểu thị bằng phần trăm khối lượng, được tính theo công thức:

$$\frac{C \times V}{m_1 \times 10^4} \times K$$

Trong đó:

C là nồng độ của nhôm, đồng, chì, kẽm có trong dung dịch thử tính theo đường chuẩn, tính bằng $\mu\text{g/ml}$;

V là thể tích dung dịch thử cuối cùng, tính bằng mililít,;

m_1 là khối lượng phần mẫu thử tương ứng với phần dung dịch thử, tính bằng mililít;

K là hệ số tính chuyển hàm lượng nhôm, đồng, chì và kẽm trên mẫu khô.

8.2. Độ lệch cho phép của kết quả các lần xác định song song

Bảng 3- Độ lệch cho phép đối với hàm lượng đồng hoặc chì

Hàm lượng đồng hoặc chì	Độ lệch cho phép	
	Ba lần đo song song	Hai lần đo song song
% (m/m)	% (m/m)	% (m/m)
0,005 đến 0,01	0,004	0,003
0,01 đến 0,02	0,006	0,005
0,02 đến 0,05	0,008	0,007
0,05 đến 0,10	0,015	0,010
0,10 đến 0,20	0,025	0,020
0,20 đến 0,50	0,040	0,030
0,50 đến 1,0	0,050	0,040

Bảng 4- Độ lệch cho phép đối với hàm lượng kẽm

Hàm lượng kẽm	Độ lệch cho phép	
	Ba lần đo song song	Hai lần song song
% (m/m)	% (m/m)	% (m/m)
0,005 đến 0,01	0,004	0,003
0,01 đến 0,02	0,006	0,005
0,02 đến 0,05	0,008	0,007
0,05 đến 0,10	0,015	0,010
0,10 đến 0,25	0,025	0,020

Bảng 5- Độ lệch cho phép đối với hàm lượng nhôm

Hàm lượng nhôm	Độ lệch cho phép	
	Ba lần đo song song	Hai lần song song
% (m/m)	% (m/m)	% (m/m)
0,10 đến 0,20	0,025	0,02
0,20 đến 0,50	0,04	0,03
0,50 đến 1,0	0,05	0,04
1,0 đến 2,0	0,07	0,06
2,0 đến 4,0	0,15	0,10

8.3. Hệ số tính chuyển về oxit

$$\text{Al}_2\text{O}_3 [\%(\text{m}/\text{m})] = 1,8895 \times \text{Al} [\%(\text{m}/\text{m})].$$