

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 11142:2015

ISO 4297:1987

Xuất bản lần 1

**QUẶNG VÀ TINH QUẶNG MANGAN - PHƯƠNG PHÁP
PHÂN TÍCH HÓA HỌC - HƯỚNG DẪN CHUNG**

*Manganese ores and concentrates -
Methods of chemical analysis - General instructions*

HÀ NỘI - 2015

Lời nói đầu

TCVN 11142:2015 hoàn toàn tương đương với ISO 4297:1978.

TCVN 11142:2015 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC102 *Quặng sắt* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Quặng và tinh quặng mangan - Phương pháp phân tích hóa học - Hướng dẫn chung

Manganese ores and concentrates – Method of chemical analysis – General instructions

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này đưa ra các hướng dẫn chung liên quan đến các phương pháp phân tích hóa học quặng và tinh quặng mangan.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau là cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi (nếu có).

TCVN 11137 (ISO 310), *Quặng và tinh quặng mangan – Xác định hàm lượng ẩm lưu trong mẫu phân tích – Phương pháp khối lượng*

3 Hướng dẫn chung

3.1 Thuốc thử

3.1.1 Tất cả các thuốc thử được sử dụng phải là "tinh khiết hóa học (purissimum)". Nếu không có sẵn các thuốc thử này, cho phép sử dụng các thuốc thử có độ tinh khiết kém hơn, tức là "tinh khiết phân tích (*pro-analysis*)".

3.1.2 Trong suốt quá trình phân tích và chuẩn bị thuốc thử phải sử dụng nước cất hoặc nước loại ion. Trong các phép xác định hàm lượng nguyên tố dạng vết phải sử dụng nước cất hai lần và nước loại ion.

3.1.3 Sử dụng các dung dịch mới chuẩn bị và lọc nếu cần.

3.1.4 Trước khi pha loãng dung dịch đến vạch mức của bình định mức, cần đảm bảo các dung dịch này có nhiệt độ bằng 20 °C.

3.1.5 Thuật ngữ "nước nóng (hoặc dung dịch)" có nghĩa là nhiệt độ của chất lỏng lớn hơn 60 °C, nếu không có qui định khác. Thuật ngữ "nước ấm (hoặc dung dịch)" có nghĩa là nhiệt độ của chất lỏng nằm trong khoảng từ 40 °C đến 60 °C.

3.1.6 Trong các câu "pha loãng 1 + 1, 1 + 2, 1 + 5, ..." thì số đầu tiên có nghĩa là số lượng các phần thể tích của dung dịch đậm đặc; số thứ hai là số lượng các phần thể tích nước.

3.1.7 Nồng độ dung dịch được biểu thị theo một trong các dạng sau:

a) % (khối lượng), nghĩa là khối lượng thành phần trong 100 g dung dịch, tính bằng gam;

b) g/l, nghĩa là số gam của thành phần trong một lít dung dịch;

c) % (thể tích), nghĩa là thể tích của cấu tử trong 100 ml dung dịch, tính bằng mililit.

3.1.8 Trong mỗi lần xác định, chuẩn hóa dung dịch thể tích chuẩn được thực hiện không ít hơn ba lần chuẩn độ.

3.2 Thiết bị, dụng cụ

3.2.1 Việc cân được tiến hành trên cân phân tích có độ chính xác đến 0,000 2 g.

3.2.2 Các thiết bị cân, dụng cụ đo lường của phòng thử nghiệm (các pipet, buret, bình định mức, nhiệt kế, ...) phải được kiểm định và thực hiện các hiệu chỉnh thích hợp khi tính các kết quả phân tích.

3.2.3 Các cuvet đo độ hấp thụ của các dung dịch màu được chọn lựa sao cho các phép đo được thực hiện trong dải hấp thụ tối ưu.

3.3 Mẫu thử

Các phép phân tích được thực hiện trên mẫu khô không khí hoặc mẫu được sấy tại nhiệt độ từ 105 °C đến 110 °C.

3.4 Cách tiến hành

3.4.1 Số lượng các phần mẫu thử

Để xác định hàm lượng của từng nguyên tố cụ thể trong quặng hoặc tinh quặng mangan, lấy hai phần mẫu thử (hoặc ba, nếu được qui định trong tiêu chuẩn liên quan, hoặc theo sự thỏa thuận của các bên liên quan) và được phân tích đồng thời.

Giá trị trung bình số học thu được từ các phép xác định hai lần của mẫu thử phải được chấp nhận là kết quả cuối cùng. Phạm vi của các giá trị nhận được không được vượt quá các giới hạn về sai số cho phép đối với dải tương ứng của hàm lượng nguyên tố qui định trong điều có tiêu đề "Sai số cho phép của kết quả giữa các phép xác định hai lần" trong tiêu chuẩn liên quan.

Khi phạm vi của hai giá trị nhận được từ phép phân tích mẫu thử nằm ngoài các giới hạn về sai số cho phép, thì cần tìm hiểu xác định các nguyên nhân gây ra độ sai lệch này và loại bỏ chúng và thực hiện lặp lại các phép xác định trên ba mẫu thử mới.

3.4.2 Phép thử trắng

Thực hiện hai lần với phép xác định và trong cùng các điều kiện thử, trừ trường hợp có thay đổi trong tiêu chuẩn liên quan, thực hiện hai phép thử trắng, để có thể thực hiện các hiệu chỉnh thích hợp đối với các kết quả của phép xác định.

3.4.3 Phép thử kiểm tra

Thực hiện hai lần với phép xác định và trong cùng các điều kiện thử, tiến hành phép phân tích kiểm tra trên hai phần mẫu thử của mẫu quặng hoặc tinh quặng mangan lấy từ cùng loại quặng hoặc tinh quặng làm mẫu thử.

Giá trị trung bình số học của các giá trị thu được từ các phép xác định hai lần của mẫu quặng hoặc tinh quặng mangan, khi so sánh với kết quả ghi trên chứng chỉ không được chênh lệch hơn nửa giá trị của sai số cho phép đối với phạm vi tương ứng của hàm lượng nguyên tố qui định trong điều có tiêu đề "Sai số cho phép của kết quả giữa các phép xác định hai lần" trong tiêu chuẩn liên quan. Nếu không thỏa mãn yêu cầu trên, thì sau khi loại trừ các nguyên nhân gây ra các sai lệch, tiến hành xác định lại các phép phân tích đối với mẫu thử và mẫu chuẩn.

3.4.4 Phép xác định hàm lượng ẩm lưu

Phép xác định hai lần, lấy hai phần mẫu thử để xác định hàm lượng ẩm lưu theo TCVN 11137 (ISO 310). Đối với phép xác định hàm lượng phospho, chỉ cần lấy một phần mẫu thử để xác định hàm lượng ẩm lưu.

Để tính hàm lượng của một nguyên tố trên trạng thái khô, kết quả bằng số của phép xác định được nhân với hệ số chuyển đổi K tính đến ba chữ số sau dấu phẩy theo công thức

$$K = \frac{100}{100 - A}$$

Trong đó A là hàm lượng ẩm lưu, tính bằng phần trăm khối lượng được xác định theo TCVN 11137 (ISO 310).

3.5 Đường chuẩn

Đường chuẩn được xây dựng theo hệ tọa độ vuông góc bằng cách vẽ mối tương quan giữa khối lượng, tính bằng miligam, của nguyên tố đang được xác định (hoành độ) và giá trị đo được (độ hấp thụ, dòng, ...) (tung độ).

Đường chuẩn của độ hấp thụ được xây dựng trên cơ sở ba phép đo độ hấp thụ của dãy các dung dịch đối chứng chuẩn được thực hiện đồng thời với phép xác định.

Đường chuẩn được xây dựng trên cơ sở các dung dịch chuẩn được kiểm tra với một hoặc hai mẫu chuẩn.

3.6 Báo cáo thử

Báo cáo thử nghiệm bao gồm các thông tin sau:

- a) thông tin cần thiết để nhận dạng đầy đủ mẫu thử;
 - b) viện dẫn tiêu chuẩn liên quan;
 - c) các kết quả của phép phân tích;
 - d) số tham chiếu của các kết quả;
 - e) bất kỳ các đặc điểm nào nhận biết được trong quá trình xác định, hoặc các thao tác không qui định trong tiêu chuẩn liên quan mà gây ảnh hưởng đến các kết quả của phép thử.
-