

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 5362 : 1991**

**GRAPHIT – PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH  
HÀM LƯỢNG TỔNG OXIT ĐẤT HIẾM**

*Graphite – Method for the determination of  
total oxide content of rare earth elements*

**HÀ NỘI - 2008**



## **Lời nói đầu**

TCVN 5362 : 1991 do Trung tâm phân tích - Viện Năng lượng nguyên tử quốc gia biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng trình duyệt, Ủy ban khoa học Nhà nước (nay là Bộ Khoa học và Công nghệ) ban hành.

Tiêu chuẩn này được chuyển đổi năm 2008 từ Tiêu chuẩn Việt Nam cùng số hiệu thành Tiêu chuẩn Quốc gia theo quy định tại khoản 1 Điều 69 của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật và điểm a khoản 1 Điều 6 Nghị định số 127/2007/NĐ-CP ngày 1/8/2007 của Chính phủ quy định chi tiết thi hành một số điều của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật.



## Graphit - Phương pháp xác định hàm lượng tổng oxit đất hiếm

*Graphite – Method for the determination of total oxide content of rare earth elements*

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp trắc quang xác định hàm lượng tổng oxit đất hiếm áp dụng cho quặng graphit, tinh quặng và các sản phẩm làm từ graphit.

### 1 Nguyên tắc

Phương pháp này dựa trên việc tạo thành phức màu xanh của các nguyên tố đất hiếm với axenazô III và đo quang dung dịch màu.

### 2 Thiết bị, dụng cụ và hóa chất

#### 2.1 Thiết bị và dụng cụ

Máy trắc quang;

Cân phân tích;

Lò nung 1000 °C;

Chén sứ;

Cột trao đổi ion, đường kính 0,5 cm, chiều cao 25 cm;

#### 2.2 Hóa chất

Axit sunfuric, dung dịch 0,05 N;

Axit nitric;

## TCVN 5362 : 1991

Axit flohydric;

Axit clohydric, dung dịch 1 : 1 và dung dịch 0,01 N;

Canxi clorua, dung dịch 10 g/l

Nhựa anionit;

Urotropin, dung dịch 40 %;

Axit oxalic, dung dịch bão hòa, dung dịch 1 %;

Axenazon III, dung dịch 0,1 % (pha trong dung dịch axit clohydric 0,01 N);

Dung dịch tổng oxit đất hiếm chuẩn. Dung dịch A chuẩn bị như sau: Cân 100 mg tổng oxit đất hiếm chuẩn để sấy khô hòa tan bằng 5 ml dung dịch axit clohydric 1 : 1 thêm vài giọt hidropexit (nếu có cặn khó tan). Cô dung dịch đến muối ẩm, hòa tan bằng 50 ml dung dịch axit clohydric 0,01 N, chuyển dung dịch vào bình định mức dung tích 100 ml, định mức đến vạch bằng dung dịch axit clohydric 0,01 N, 1 ml dung dịch A chứa 1 mg tổng oxit đất hiếm.

Dung dịch B chuẩn bị như sau: Lấy bằng pipet 1 ml dung dịch A vào bình định mức dung tích 100 ml, định mức đến vạch bằng dung dịch axit clohydric 0,01 N, 1 ml dung dịch B chứa 10 µg tổng oxit đất hiếm.

### 3 Cách tiến hành

**3.1** Phá mẫu. Cân 5 g mẫu graphit vào bát sứ, tro hóa mẫu trong lò nung ở nhiệt độ 900 °C trong khoảng 4 giờ đến 5 giờ (tùy theo hàm lượng cacbon có trong mẫu) để nguội, chuyển mẫu vào bát bạch kim. Thêm vào 5 ml axit nitric và 15 ml axit flohydric rồi cô đến khô. Tiến hành quá trình trên từ 2 đến 3 lần (tùy theo hàm lượng silic có trong mẫu). Sau đó cô cặn mẫu 2 lần nữa đến bốc khói trắng, mỗi lần với 2 ml axit sunfuric. Hòa tan mẫu bằng dung dịch nước lạnh có vài giọt H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>. Lọc dung dịch qua giấy lọc băng xanh, rửa cặn nhiều lần bằng nước cất lạnh, gộp toàn bộ nước lọc và cốc dung tích 250 ml, thể tích dung dịch cuối cùng khoảng 50 ml.

**3.2** Tách các nguyên tố đất hiếm. Dùng 5 g nhựa anion khô, sau khi xử lý thông thường được nhồi vào cốc sắc ký có đường kính 0,5 cm và chiều cao 25 cm. Chuyển dạng anion Cl<sup>-</sup> thành dạng anion thành dạng anion SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> dùng 50 ml dung dịch amoni sunfat 0,05 N và rửa hết anion clo.

Dung dịch mẫu được điều chỉnh pH đến 1,5 (theo giấy chỉ thị tổng hợp) và đội lên cột. Tốc độ dòng chảy khoảng 0,6 ml/phút đến 0,8 ml/phút.

Rửa cốc bằng dung dịch axit sunfuric 0,05 N và đổ vào cột, thu dung dịch sau cột, gộp toàn bộ vào một cốc, thể tích cuối cùng khoảng 200 ml. Cô cạn đến thể tích khoảng 100 ml. Điều chỉnh đến pH 5 (bằng dung dịch urôtrôpin 40 %), thêm vào 6 ml dung dịch canxi clorua 10 g/l và kết tủa bằng 10 ml dung dịch axit oxalic bão hòa, để qua đêm. Lọc kết tủa trên giấy lọc băng xanh, rửa cốc và kết tủa nhiều lần bằng dung dịch axit oxalic 1 %.

Sấy khô kết tủa, chuyển vào chén sứ và nung ở 650 °C khoảng 30 phút, để nguội. Hòa tan cạn bằng 2 ml axit clohydric 1 : 1, thêm vài giọt hydro peoxit (nếu khó tan), cô dung dịch đến muối ẩm, hòa tan tiếp bằng 5 ml dung dịch axit clohydric 0,01 (dung dịch gốc).

**3.3** Xác định các nguyên tố đất hiếm. Chuyển dung dịch gốc vào bình định mức dung tích 50 ml, thêm 5 ml dung dịch đệm pH 1,8, 2 ml dung dịch asenazon III 0,1 %, định mức bằng dung dịch axit clohydric 0,01 N đến vạch mức và lắc kỹ. Sau 15 phút đo mật độ quang lớp dung dịch mẫu trên máy so màu ở bước sóng 655 nm với cuvet chiều dày lớp hấp thụ ánh sáng 50 mm.

Dung dịch so sánh là một hỗn hợp gồm 5 ml dung dịch đệm pH 1,8, 2 ml dung dịch asenazon III 0,1 % và 6 ml dung dịch canxi clorua 10 g/l.

Từ giá trị mật độ quang của dung dịch phân tích xác định hàm lượng các nguyên tố đất hiếm trên đồ thị chuẩn.

**3.4** Lập đồ thị đường chuẩn như sau: dùng pipet cho vào các bình định mức dung tích 50 ml những lượng 0,5 ml; 1 ml; 1,5 ml; 2 ml; 2,5 ml và 3 ml dung dịch B tương ứng với 5 µg; 10 µg; 15 µg; 20 µg; 25 µg; 30 µg tổng oxit đất hiếm. Cho vào mỗi bình định mức 6 ml dung dịch canxi clorua 10 g/l và làm tiếp theo như đã chỉ dẫn ở 3.3.

Để xây dựng đồ thị chuẩn lấy kết quả trung bình của 3 lần đo mật độ quang của mỗi dung dịch.

Theo giá trị trung bình mật độ quang đo được và hàm lượng đất hiếm đã biết, lập đường chuẩn.

## **4 Tính kết quả**

**4.1** Hàm lượng oxit đất hiếm (X) được tính bằng phần trăm, theo công thức:

$$X = \frac{m_1 \times 100}{m}$$

trong đó

$m_1$  là lượng oxit đất hiếm tìm thấy trên đồ thị chuẩn, tính bằng miligam;

$m$  là lượng mẫu graphit, tính bằng gam.

**TCVN 5362 : 1991**

**4.2** Sai lệch cho phép giữa các kết quả của hai lần xác định song song không được lớn hơn giá trị trong Bảng dưới đây.

<b>Hàm lượng tổng axit đất hiếm</b>	<b>Sai lệch cho phép</b>
Từ 0,005 đến 0,01	0,0005
Từ 0,01 đến 0,05	0,0001

Kết quả cuối cùng của phép thử là trung bình cộng các kết quả của hai phép xác định song song cuối cùng.