

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 9918:2013

**ĐẤT, ĐÁ, QUẶNG NHÓM SILICAT - XÁC ĐỊNH ĐỒNG THỜI
36 NGUYÊN TỐ - PHƯƠNG PHÁP ICP-OES**

*Soils, rocks and ores of silicate group -
Simultaneous determination of thirty six elements by ICP-OES method*

HÀ NỘI - 2013

Lời nói đầu

TCVN 9918: 2013 do Tổng Cục Địa chất và Khoáng sản biên soạn, Bộ Tài nguyên và Môi trường đề nghị Tổng Cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Đất, đá, quặng nhóm silicat –**Xác định đồng thời 36 nguyên tố - phương pháp ICP-OES***Soils, rocks and ores of silicate group –**Simultaneous determination of thirty six elements by ICP-OES method***1. Phạm vi áp dụng**

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp quang phổ phát xạ plasma (ICP - OES.Sim) xác định đồng thời 36 nguyên tố: Arsen, bạc, nhôm, bor, bari, berili, bismut, calci, cadmi, ceri, coban, crom, sắt, đồng, gali, germani, kali, lantan, lithi, magne, mangan, molybden, niobi, nickel, phosphor, chì, antimon, scandi, thiếc, stronti, tantal, titan, vanadi, wolfram, ytri, kẽm trong mẫu địa hóa, ở dạng mẫu rắn, với giới hạn định lượng của phương pháp cho các nguyên tố như sau:

- | | |
|------------------------------------------------------------------------|-------------------|
| • Al_2O_3 , Fe_2O_3 , CaO, MgO, MnO, TiO_2 , P_2O_5 , K_2O : | từ 0,005% đến 20% |
| • Ag, Cd, Co, V: | từ 2 ppm |
| • Be, Ce, Cr, Cu, La, Li, Mo, Nb, Ni, Pb, Sc, Sr, Y, Zn: | từ 5 ppm |
| • B, Ba, Bi, Ga, Sb, Ta, Sn: | từ 10 ppm |
| • As, Ge, W: | từ 20 ppm |

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 ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi, bổ sung (nếu có).

TCVN 4851 (ISO 3696), *Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử*

TCVN 7151 (ISO 648), *Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh – Pipet một mức*

TCVN 7153 (ISO 1042), *Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh – Bình định mức*

TCVN 9924:2013, *Đất, đá, quặng – Quy trình gia công mẫu sử dụng cho các phương pháp phân tích hóa học, hóa lý, ronghen, nhiệt*

3. Nguyên tắc

Mẫu sau khi được phân huỷ qua hai giai đoạn - trước tiên bằng hỗn hợp các axit, sau đó cặn không tan nung chảy với natri peroxyt, rồi nhập chung lại - được phun vào ngọn lửa Plasma (nhiệt độ từ 7.000-10.000°C). Đo cường độ vạch phát xạ của các nguyên tử và ion tự do của từng nguyên tố khi bị kích thích bởi nguồn năng lượng Plasma rồi xác định đồng thời hàm lượng của chúng theo phương trình sau:

$$C_x = a \cdot I_x + b \quad (1)$$

$$\text{hoặc: } C_x = a \cdot I_x^2 + b \cdot I_x + c \quad (2)$$

trong đó:

C_x : - Nồng độ của nguyên tố X.

I_x : - Cường độ vạch phổ phát xạ của nguyên tố X.

a, b, c: - Các hệ số được xác định bằng thực nghiệm trên cơ sở đo cường độ phát xạ của dãy dung dịch chuẩn nguyên tố X rồi tính toán theo phương pháp hồi qui.

4. Hoá chất

Trong quá trình phân tích, chỉ sử dụng thuốc thử loại tinh khiết phân tích và nước phù hợp với loại 2 của TCVN 4851 (ISO 3696).

4.1 Natriperoxyt Na_2O_2 , dạng bột.

4.2 Axit clohidric HCl (d = 1,19), dung dịch (1+1), dung dịch 1 % (v/v).

4.3 Axit pecloric HClO_4 (70%).

4.4 Axit nitric HNO_3 (d = 1,40).

4.5 Axit Flohidric HF (40%).

4.6 Natri hidroxit NaOH, dạng hạt.

4.7 Natri clorua NaCl, dung dịch 3,75%. Ngoài cách pha chế từ muối NaCl còn cách pha chế từ NaOH: Cân 2,56g vào cốc chia độ có sẵn nước cất, khuấy và cho tiếp vào 10,6ml HCl (1+1). Thêm nước cất đến 100ml, khuấy đều. 1ml dung dịch chứa 0,0375g NaCl.

4.8 Các dung dịch chuẩn gốc dùng cho ICP của hãng Merk (standards for ICP) có nồng độ 1000 $\mu\text{g/ml}$.

Các fixanal chuẩn gốc dùng cho ICP với nồng độ 5000 $\mu\text{g/ml}$ của các nguyên tố: Al, Fe, Ca, Mg, K, Ti, Mn.

5. Thiết bị, Dụng cụ

Các thiết bị, dụng cụ phòng thử nghiệm thông thường, bao gồm pipet một mức, bình định mức phù hợp với các quy định trong TCVN 7151 (ISO 648) và TCVN 7153 (ISO 1042), (trừ khi có quy định khác), và các thiết bị, dụng cụ sau.

5.1 Máy quang phổ plasma ICP-OES đồng thời - Iris Intrepid spectrometry hoặc thiết bị có tính năng tương đương

- 5.2 Cân phân tích, có độ chính xác $2 \cdot 10^{-4}$ g.
- 5.3 Lò nung, có điều khiển nhiệt độ tự động đến 1000°C .
- 5.4 Lò nung, có điều khiển nhiệt độ tự động đến 800°C .
- 5.5 Máy lọc nước siêu sạch.
- 5.6 Hệ thống lọc bụi phòng thí nghiệm, đạt tiêu chuẩn siêu sạch.
- 5.7 Thiết bị làm ẩm khí Ar.
- 5.8 Tủ sấy, có điều khiển nhiệt độ đến 120°C .
- 5.9 Bộ phận đưa mẫu tự động (48 mẫu).
- 5.10 Máy hút ẩm.
- 5.11 Cốc teflon, có dung tích: 100; 150 ml.
- 5.12 Bình định mức thủy tinh, dung tích: 500; 1000 ml.
- 5.13 Bình định mức nhựa polyetylen, có dung tích: 25; 50; 100; 250 ml.
- 5.14 Bình nón thủy tinh, có dung tích: 500; 1000 ml.
- 5.15 Phễu lọc $\Phi = 5; 7\text{cm}$.
- 5.16 Chén kim loại Zr, có dung tích 15 ml.
- 5.17 Chén thạch anh, dung tích 10 ml.
- 5.18 Ống đong, dung tích: 10; 25; 50; 100 ml.
- 5.19 Pipet thủy tinh, dung tích: 5; 10; 15; 25; 50 ml.
- 5.20 Ống đong thủy tinh các loại: 10; 25; 50; 100 ml.
- 5.21 Micropipet bấm các loại: 1; 5; 10 μl
- 5.22 Pipet bấm các loại: 1000; 5000; 10000 μl
- 5.23 Bình tia nhựa, dung tích: 500 ml.
- 5.24 Dixpensor các loại: 0,2-2; 0,5-5; 1-10; 2,5-25 và 5-50 ml.

6. Chuẩn bị mẫu thử

Chuẩn bị và gia công mẫu thử theo TCVN.9924:2013, Đất, đá, quặng – Quy trình gia công mẫu sử dụng cho các phương pháp phân tích hóa học, hóa lý, ronghen, nhiệt.

7. Cách tiến hành

7.1. Phân hủy mẫu

1. Cân 0,5000g mẫu vào cốc teflon dung tích 150 ml. Thấm ướt mẫu bằng nước cất. Rót vào cốc 5 ml HNO_3 ($d=1,40$) cho thấm đều mẫu. Rót tiếp vào 2 ml HClO_4 (70%) và 10 ml HF (40%). Lắc nhẹ cốc.
2. Đặt cốc lên bếp điện để phân hủy mẫu. Đun mẫu trên bếp điện cho đến khi bốc hết khói trắng và dung dịch mẫu ở trạng thái muối ẩm (không được khô).
3. Để nguội cốc, rót từ từ vào 10 ml HCl ($d=1,19$). Tia vào mẫu còn bám ở thành cốc bằng vài ml HCl 1%. Đun nóng ẩm cốc khoảng 5 phút. Lấy cốc xuống, lọc mẫu qua phễu lọc với giấy lọc băng xanh (đã tẩm ướt) vào bình định mức 100 ml. Dùng bình tia chứa HCl 1% để rửa cốc và chuyển cặn

không tan vào phễu lọc, khoảng 4-5 lần, sẽ thu được dung dịch A.

4. Giấy lọc cùng với cặn không tan sau khi để khô chuyển vào chén thạch anh dung tích 30 ml. Nung trong lò điện, tăng dần nhiệt độ từ thấp lên đến 800°C, giữ ở nhiệt độ này trong 1 giờ. Lấy chén ra để nguội, chuyển phần tro vào chén zirconi dung tích 15 ml.

5. Cân vào chén khoảng 0,5 g Na_2O_2 , trộn đều. Tiếp tục nung chảy trong lò điện ở nhiệt độ 600°C khoảng 15-20 phút. Lấy chén ra để nguội bớt, rửa tạp chất ở đáy chén bằng bằng HCl 1%. Đặt chén vào cốc teflon dung tích 150 ml. Rót vào khoảng 10-15 ml nước cất sôi và 16 ml HCl (1+1). Lấy chén ra rửa nó bằng vài ml HCl 1%, sẽ thu được dung dịch B.

6. Khuấy đều rồi nhập chung dung dịch B với dung dịch A trong bình định mức 100 ml. Thêm nước cất đến vạch. Lắc đều. Dung dịch phải hoàn toàn trong suốt, nếu bị đục phải tiến hành xử lý lại.

7. Tiến hành đồng thời làm mẫu trắng của phương pháp (method blank).

7.2 Chuẩn bị dãy dung dịch chuẩn

Dung dịch tiêu chuẩn gốc của của các nguyên tố sử dụng dung dịch chuẩn dùng cho ICP có độ chuẩn 1000 mg/l (1000 ppm) có bán sẵn trên thị trường. Dung dịch dãy chuẩn các đơn nguyên tố được chuẩn bị trong các bình định mức 100ml hoặc 50ml từ các dung dịch gốc. Phương pháp này quy định chia 36 nguyên tố thành các nhóm sau:

- Nhóm các nguyên tố vi lượng.
- Nhóm các nguyên tố lượng lớn.
- Nguyên tố P.

Dãy chuẩn của mỗi nguyên tố phải tính sao cho có nồng độ tương ứng với hàm lượng thực có trong mẫu phân tích.

Trong mỗi dãy chuẩn tối thiểu phải có 5 mức nồng độ: A, B, C, D, E. Mức A có nồng độ lớn nhất, mức D có nồng độ nhỏ nhất, mức E có nồng độ bằng 0 (dung dịch trắng). Tất cả các dung dịch chuẩn ở các mức nồng độ pha trong nền muối NaCl là 0,75% và nồng độ HCl 2M.

Sau khi đo phổ phát xạ ứng với từng cấp hàm lượng sẽ thu được 36 đồ thị chuẩn biểu diễn sự phụ thuộc của cường độ phát xạ vào nồng độ nguyên tố.

Từ các đồ thị chuẩn ghi lại giới hạn phát hiện (MDL) và giới hạn định lượng (MQL) của từng nguyên tố vào *bảng 1*.

7.3 Tiến hành đo phổ phát xạ

Tiến hành đo phổ phát xạ đồng thời 36 nguyên tố theo các thông số của máy ICP-OES như sau:

- | | |
|-----------------------------------------------------------|-------------------------|
| 1. Công suất máy phát (RF power): | 1150 W |
| 2. Thời gian từ khi hút dung dịch đến khi bắt đầu đo phổ: | 20 giây |
| 3. Kiểu đồ thị chuẩn lựa chọn: | nồng độ (concentration) |
| 4. Số lần lặp lại một phép đo: | 3 lần |
| 5. Tốc độ khí Ar tạo plasma: | 15 l/phút |
| 6. Tốc độ khí Ar làm sạch đường truyền tín hiệu quang: | 4 l/phút |

| | | |
|----------------------------------------------------|-------------------------|-----------|
| 7. Tốc độ khí Ar làm sạch buồng chứa hệ quang học: | 4 l/phút | |
| 8. Tốc độ khí làm sạch camera: | 80 ml/phút | |
| 9. Áp lực khí Ar ở đầu vào nebulizer | 25 psi | |
| 10. Tốc độ khí Ar bổ trợ: | 0,5 l/phút | |
| 11. Tốc độ bơm hút dung dịch mẫu vào nebulizer: | 120 rpm | |
| 12. Chế độ đo: | đọc trực hoặc xuyên tâm | |
| 13. Thời gian đo ở các vùng bước sóng | | |
| | Đọc trực | Xuyên tâm |
| Vùng UV | 10 giây | 6 giây |
| Vùng Vis | 10 giây | 6 giây |

Các thiết bị có tính năng tương đương, chọn điều kiện đo theo hướng dẫn của nhà sản xuất.
 Bước sóng được lựa chọn cho phương pháp được cho ở bảng 2.

8. Biểu thị kết quả

8.1. Tính hàm lượng các nguyên tố vi lượng

Hàm lượng các nguyên tố vi lượng được tính theo công thức sau:

$$X(\text{ppm}) = a_x \cdot \frac{V_{dm}}{m} = a_x \cdot k_{pl}$$

Trong đó:

a_x : Hàm lượng nguyên tố X trong mẫu, tương ứng với cường độ phát xạ được đo trên đồ thị chuẩn, ppm.

k_{pl} : Hệ số pha loãng được xác định bằng tỷ lệ V_{dm}/m , với V_{dm} là thể tích định mức của dung dịch đo phổ (ml), m là khối lượng mẫu lấy để phân tích (g).

Với mẫu địa hóa $V_{dm} = 100\text{ml}$, $m = 0,5\text{ g}$ thì $k_{pl} = 200$.

Hàm lượng các nguyên tố lượng lớn tính theo công thức sau:

$$X_i O_z (\%) = a_x \cdot \frac{V_{dm}}{m} \cdot 10^{-4} \cdot k_x$$

Trong đó:

a_x : Hàm lượng nguyên tố X trong mẫu, tương ứng với cường độ phát xạ đo được trên đồ thị chuẩn, ppm.

i, z: Hóa trị tương ứng của các oxyt.

V_{dm} , m: Tương ứng như cách tính với các nguyên tố vi lượng $V_{dm}/m=200$

10^{-4} : Hệ số chuyển đổi từ ppm về %.

k_x : Hệ số chuyển đổi kim loại thành oxyt.

Cụ thể, với mẫu địa hóa $V_{dm} = 100\text{ml}$, $m = 0,5000\text{ g}$ thì:

$$X_i O_z (\%) = 0,02 \cdot a_x \cdot k_x$$

Hệ số k_x của một số nguyên tố cần phân tích:

| | |
|------------------------|-----------------------|
| $K_{Al_2O_3} = 1,8895$ | $K_{MgO} = 1,6584$ |
| $K_{Fe_2O_3} = 1,4297$ | $K_{CaO} = 1,3991$ |
| $K_{TiO_2} = 1,6683$ | $K_{K_2O} = 1,2040$ |
| $K_{MnO} = 1,2910$ | $K_{P_2O_5} = 2,2951$ |

8.2 Sai số phân tích

Sai lệch lớn nhất giữa hai kết quả xác định song song hoặc đối song không vượt quá giá trị trong bảng 3.

Bảng 3: Sai số cho phép của các nguyên tố lượng lớn

| TT | Cấp hàm lượng (%) | Al ₂ O ₃ | CaO | Fe ₂ O ₃ | K ₂ O | MgO | MnO | P ₂ O ₅ | TiO ₂ |
|----|-------------------|--------------------------------|------|--------------------------------|------------------|------|-------|-------------------------------|------------------|
| 1 | 10 - < 20 | 9 | 7 | 4 | (5) | 7,4 | (3) | (5) | (5) |
| 2 | 5 - < 10 | 12 | 9 | 7 | 7 | 8 | (3,5) | (6,5) | (9) |
| 3 | 2 - < 5 | 18 | 11 | 11 | 9 | 9 | (4) | (8) | 13 |
| 4 | 1 - < 2 | 22 | 12 | 12 | 12 | 12 | (6,4) | (11) | 18 |
| 5 | 0,5 - < 1 | 28 | 15 | (15) | 15 | 17 | 10 | 15 | 23 |
| 6 | 0,2 - < 0,5 | 35 | 20 | 20 | 20 | 21 | 13 | 20 | 28 |
| 7 | 0,1 - < 0,2 | 40 | 25 | 25 | 25 | 27 | 17 | 25 | 33 |
| 8 | 0,05 - < 0,1 | 45 | 30 | (30) | 30 | (35) | 25 | 30 | 38 |
| 9 | 0,02 - < 0,05 | 50 | 40 | (35) | 35 | (40) | 35 | 40 | 45 |
| 10 | 0,01 - < 0,02 | (60) | (45) | (40) | 40 | (43) | 40 | (50) | 50 |
| 11 | 0,005 - < 0,01 | (70) | (55) | (44) | (44) | (46) | 45 | 60 | (60) |
| 12 | 0,002 - < 0,005 | (80) | (63) | (48) | (47) | (50) | 50 | 70 | (70) |

Ghi chú: Các giá trị trong ngoặc đơn là những sai số dự kiến đưa ra dựa trên kết quả thống kê ở các cấp hàm lượng đã phân tích

9. Phụ lục

Bảng 1: Thang chuẩn nồng độ của 36 nguyên tố

| Nhóm | T T | Nguyên tố | Nồng độ nguyên tố trong các dãy chuẩn (ppm) | | | | | Giới hạn phát hiện (ppm) | Giới hạn định lượng (ppm) |
|------|--------|--------------|------------------------------------------------|----------------|----------------|----------------|---|--------------------------------|---------------------------------|
| | | | A | B | C | D | E | | |
| | | | A ₁ | B ₂ | C ₁ | D ₁ | E | | |
| | 1 | Ag | 2 | 1 | 0,5 | 0,2 | 0 | 1 | 2 |
| | 2 | Be | 2 | 1 | 0,5 | 0,2 | 0 | 1 | 5 |
| | 3 | Cd | 4 | 2 | 1 | 0,4 | 0 | 1 | 2 |
| | 4 | Co | 4 | 2 | 1 | 0,4 | 0 | 1 | 2 |
| | 5 | Sc | 4 | 2 | 1 | 0,4 | 0 | 1 | 5 |
| | 6 | As | 6 | 3 | 1,5 | 0,6 | 0 | 10 | 20 |
| | 7 | Sb | 6 | 3 | 1,5 | 0,6 | 0 | 5 | 10 |
| | 8 | Cr | 6 | 3 | 1,5 | 0,6 | 0 | 1 | 5 |
| | 9 | Ga | 6 | 3 | 1,5 | 0,6 | 0 | 5 | 10 |
| | 10 | Li | 6 | 3 | 1,5 | 0,6 | 0 | 1 | 5 |
| | 11 | Mo | 6 | 3 | 1,5 | 0,6 | 0 | 1 | 5 |
| | 12 | Nb | 6 | 3 | 1,5 | 0,6 | 0 | 1 | 5 |
| | 13 | Ta | 6 | 3 | 1,5 | 0,6 | 0 | 5 | 10 |
| I | 14 | Sn | 6 | 3 | 1,5 | 0,6 | 0 | 5 | 10 |
| | 15 | V | 6 | 3 | 1,5 | 0,6 | 0 | 1 | 2 |
| | 16 | W | 6 | 3 | 1,5 | 0,6 | 0 | 10 | 20 |
| | 17 | Ge | 6 | 3 | 1,5 | 0,6 | 0 | 10 | 20 |
| | 18 | Bi | 6 | 3 | 1,5 | 0,6 | 0 | 5 | 10 |
| | 19 | B | 6 | 3 | 1,5 | 0,6 | 0 | 5 | 10 |
| | 20 | Y | 6 | 3 | 1,5 | 0,6 | 0 | 1 | 5 |
| | 21 | La | 6 | 3 | 1,5 | 0,6 | 0 | 1 | 5 |
| | 22 | Ce | 6 | 3 | 1,5 | 0,6 | 0 | 1 | 5 |
| | 23 | Cu | 10 | 5 | 2,5 | 1 | 0 | 1 | 5 |
| | 24 | Pb | 10 | 5 | 2,5 | 1 | 0 | 1 | 5 |
| | 25 | Zn | 10 | 5 | 2,5 | 1 | 0 | 1 | 5 |
| | 26 | Ni | 10 | 5 | 2,5 | 1 | 0 | 1 | 5 |
| | 27 | Sr | 10 | 5 | 2,5 | 1 | 0 | 1 | 5 |
| | 28 | Ba | 10 | 5 | 2,5 | 1 | 0 | 5 | 10 |
| | | | A ₂ | B ₂ | C ₂ | D ₂ | E | | |
| II | 29 | Mn | 30 | 15 | 7,5 | 3 | 0 | | |
| | 30 | K | 100 | 50 | 25 | 10 | 0 | | |

| Nhóm | T T | Nguyên tố | Nồng độ nguyên tố trong các dây chuẩn (ppm) | | | | | Giới hạn phát hiện (ppm) | Giới hạn định lượng (ppm) |
|------|--------|--------------|------------------------------------------------|----------------|----------------|----------------|---|--------------------------------|---------------------------------|
| | | | A | B | C | D | E | | |
| | | | A ₁ | B ₂ | C ₁ | D ₁ | E | | |
| | 1 | Ag | 2 | 1 | 0,5 | 0,2 | 0 | 1 | 2 |
| | 2 | Be | 2 | 1 | 0,5 | 0,2 | 0 | 1 | 5 |
| | 3 | Cd | 4 | 2 | 1 | 0,4 | 0 | 1 | 2 |
| | 4 | Co | 4 | 2 | 1 | 0,4 | 0 | 1 | 2 |
| | 5 | Sc | 4 | 2 | 1 | 0,4 | 0 | 1 | 5 |
| | 6 | As | 6 | 3 | 1,5 | 0,6 | 0 | 10 | 20 |
| | 7 | Sb | 6 | 3 | 1,5 | 0,6 | 0 | 5 | 10 |
| | 8 | Cr | 6 | 3 | 1,5 | 0,6 | 0 | 1 | 5 |
| | 9 | Ga | 6 | 3 | 1,5 | 0,6 | 0 | 5 | 10 |
| | 10 | Li | 6 | 3 | 1,5 | 0,6 | 0 | 1 | 5 |
| | 11 | Mo | 6 | 3 | 1,5 | 0,6 | 0 | 1 | 5 |
| | 12 | Nb | 6 | 3 | 1,5 | 0,6 | 0 | 1 | 5 |
| | 13 | Ta | 6 | 3 | 1,5 | 0,6 | 0 | 5 | 10 |
| I | 14 | Sn | 6 | 3 | 1,5 | 0,6 | 0 | 5 | 10 |
| | 15 | V | 6 | 3 | 1,5 | 0,6 | 0 | 1 | 2 |
| | 16 | W | 6 | 3 | 1,5 | 0,6 | 0 | 10 | 20 |
| | 17 | Ge | 6 | 3 | 1,5 | 0,6 | 0 | 10 | 20 |
| | 18 | Bi | 6 | 3 | 1,5 | 0,6 | 0 | 5 | 10 |
| | 19 | B | 6 | 3 | 1,5 | 0,6 | 0 | 5 | 10 |
| | 20 | Y | 6 | 3 | 1,5 | 0,6 | 0 | 1 | 5 |
| | 21 | La | 6 | 3 | 1,5 | 0,6 | 0 | 1 | 5 |
| | 22 | Ce | 6 | 3 | 1,5 | 0,6 | 0 | 1 | 5 |
| | 23 | Cu | 10 | 5 | 2,5 | 1 | 0 | 1 | 5 |
| | 24 | Pb | 10 | 5 | 2,5 | 1 | 0 | 1 | 5 |
| | 25 | Zn | 10 | 5 | 2,5 | 1 | 0 | 1 | 5 |
| | 26 | Ni | 10 | 5 | 2,5 | 1 | 0 | 1 | 5 |
| | 27 | Sr | 10 | 5 | 2,5 | 1 | 0 | 1 | 5 |
| | 28 | Ba | 10 | 5 | 2,5 | 1 | 0 | 5 | 10 |
| | 31 | Mg | 200 | 100 | 50 | 20 | 0 | | |
| | 32 | Ca | 300 | 150 | 75 | 30 | 0 | | |
| | 33 | Fe | 500 | 250 | 125 | 50 | 0 | | |
| | 34 | Al | 500 | 250 | 125 | 50 | 0 | | |
| III | | | A ₃ | B ₃ | C ₃ | D ₃ | E | | |
| | 35 | P | 40 | 20 | 10 | 4 | 0 | | |
| IV | | | A ₄ | B ₄ | C ₄ | D ₄ | E | | |

| Nhóm | T T | Nguyên tố | Nồng độ nguyên tố trong các dây chuẩn (ppm) | | | | | Giới hạn phát hiện (ppm) | Giới hạn định lượng (ppm) |
|------|--------|--------------|------------------------------------------------|----------------|----------------|----------------|---|--------------------------------|---------------------------------|
| | | | A | B | C | D | E | | |
| | | | A ₁ | B ₂ | C ₁ | D ₁ | E | | |
| | 1 | Ag | 2 | 1 | 0,5 | 0,2 | 0 | 1 | 2 |
| | 2 | Be | 2 | 1 | 0,5 | 0,2 | 0 | 1 | 5 |
| | 3 | Cd | 4 | 2 | 1 | 0,4 | 0 | 1 | 2 |
| | 4 | Co | 4 | 2 | 1 | 0,4 | 0 | 1 | 2 |
| | 5 | Sc | 4 | 2 | 1 | 0,4 | 0 | 1 | 5 |
| | 6 | As | 6 | 3 | 1,5 | 0,6 | 0 | 10 | 20 |
| | 7 | Sb | 6 | 3 | 1,5 | 0,6 | 0 | 5 | 10 |
| | 8 | Cr | 6 | 3 | 1,5 | 0,6 | 0 | 1 | 5 |
| | 9 | Ga | 6 | 3 | 1,5 | 0,6 | 0 | 5 | 10 |
| | 10 | Li | 6 | 3 | 1,5 | 0,6 | 0 | 1 | 5 |
| | 11 | Mo | 6 | 3 | 1,5 | 0,6 | 0 | 1 | 5 |
| | 12 | Nb | 6 | 3 | 1,5 | 0,6 | 0 | 1 | 5 |
| | 13 | Ta | 6 | 3 | 1,5 | 0,6 | 0 | 5 | 10 |
| I | 14 | Sn | 6 | 3 | 1,5 | 0,6 | 0 | 5 | 10 |
| | 15 | V | 6 | 3 | 1,5 | 0,6 | 0 | 1 | 2 |
| | 16 | W | 6 | 3 | 1,5 | 0,6 | 0 | 10 | 20 |
| | 17 | Ge | 6 | 3 | 1,5 | 0,6 | 0 | 10 | 20 |
| | 18 | Bi | 6 | 3 | 1,5 | 0,6 | 0 | 5 | 10 |
| | 19 | B | 6 | 3 | 1,5 | 0,6 | 0 | 5 | 10 |
| | 20 | Y | 6 | 3 | 1,5 | 0,6 | 0 | 1 | 5 |
| | 21 | La | 6 | 3 | 1,5 | 0,6 | 0 | 1 | 5 |
| | 22 | Ce | 6 | 3 | 1,5 | 0,6 | 0 | 1 | 5 |
| | 23 | Cu | 10 | 5 | 2,5 | 1 | 0 | 1 | 5 |
| | 24 | Pb | 10 | 5 | 2,5 | 1 | 0 | 1 | 5 |
| | 25 | Zn | 10 | 5 | 2,5 | 1 | 0 | 1 | 5 |
| | 26 | Ni | 10 | 5 | 2,5 | 1 | 0 | 1 | 5 |
| | 27 | Sr | 10 | 5 | 2,5 | 1 | 0 | 1 | 5 |
| | 28 | Ba | 10 | 5 | 2,5 | 1 | 0 | 5 | 10 |
| | 36 | Ti | 50 | 25 | 12,5 | 5 | 0 | | |

Bảng 2: Vạch phổ tối ưu được lựa chọn cho phương pháp

| TT | Nguyên tố | Vạch phổ tối ưu (nm) | TT | Nguyên tố | Vạch phổ tối ưu (nm) |
|----|-----------|----------------------|----|-----------|----------------------|
| 1 | Ag | 328,068 | 19 | Li | 670,784 |
| 2 | Al | 309,271 | 20 | Mg | 285,213 |
| 3 | As | 189,042 | 21 | Mn | 259,373 |
| 4 | B | 249,773 | 22 | Mo | 202,030 |
| 5 | Ba | 455,403 | 23 | Nb | 316,340 |
| 6 | Be | 313,042 | 24 | Ni | 221,647 |
| 7 | Bi | 223,061 | 25 | P | 213,618 |
| 8 | Ca | 317,933 | 26 | Pb | 220,353 |
| 9 | Cd | 228,802 | 27 | Sb | 206,833 |
| 10 | Ce | 413,380 | 28 | Sc | 363,075 |
| 11 | Co | 228,616 | 29 | Sn | 189,989 |
| 12 | Cr | 267,716 | 30 | Sr | 346,446 |
| 13 | Cu | 223,008 | 31 | Ta | 263,558 |
| 14 | Fe | 239,562 | 32 | Ti | 323,452 |
| 15 | Ga | 294,364 | 33 | V | 310,230 |
| 16 | Ge | 209,426 | 34 | w | 207,911 |
| 17 | K | 766,491 | 35 | Y | 360,073 |
| 18 | La | 399,575 | 36 | Zn | 202,548 |
| | | | 37 | Zr | 339,198 |

Bảng 4: Sai số cho phép của các nguyên tố lượng vết

Ghi chú: Các giá trị trong ngoặc đơn là những sai số dự kiến đưa ra dựa trên kết quả thống kê ở các cấp hàm lượng đã phân tích

| TT | Cấp hàm lượng | As | B | Ba | Be | Bi | Cd | Ce | Co | Cr | Cu | Ga | Ge | La | Li | Mo | Nb | Ni | Pb | Sb | Sc | Sn | Sr | Ta | V | W | Y | Zn | |
|----|----------------|------|----|------|----|--------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|----|----|----|------|------|------|------|------|------|------|
| | ppm | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 1 | 5000 - < 10000 | (13) | | (13) | | | | | | (5) | (10) | | | | | | | (7) | 12 | | | | (15) | | | | | (12) | |
| 2 | 2000 - < 5000 | (15) | | 15 | | | | | | (6) | (13) | | | | | | | (10) | (14) | | | | 17 | | | | | 14 | |
| 3 | 1000 - < 2000 | (18) | | 18 | | | | | | (7) | (15) | | | | | | | (12) | (17) | | | | (20) | | | | | (16) | |
| 4 | 500 - < 1000 | (4) | 20 | (26) | 20 | (6) | 15 | (14) | 7 | (10) | (8) | (18) | (25) | (12) | (9) | (9) | (25) | (20) | (15) | 20 | | | (20) | (23) | 20 | (20) | (20) | (6) | 18 |
| 5 | 200 - < 500 | (7) | 25 | (30) | 25 | (7,5) | (20) | (17) | 9 | (18) | 10 | 22 | (30) | (15) | (10) | (10) | (30) | 25 | (20) | 25 | 20 | | (25) | 27 | (25) | 25 | 30 | 8 | 22 |
| 6 | 100 - < 200 | (10) | 30 | 40 | 30 | (10) | (25) | (20) | 12 | (25) | 12 | 27 | (33) | (18) | 12 | 12 | (40) | 32 | 25 | 30 | 25 | 25 | (30) | 32 | (30) | 30 | 35 | 10 | 27 |
| 7 | 50 - < 100 | (12) | 40 | 50 | 35 | (13) | (30) | (25) | 15 | 32 | 15 | 33 | (42) | (22) | 15 | 15 | (50) | 38 | 35 | 35 | 30 | 30 | 35 | 40 | (35) | 40 | 45 | 12 | 30 |
| 8 | 20 - < 50 | (15) | 50 | 60 | 50 | (14,5) | (38) | 30 | 18 | 40 | 19 | 35 | (50) | (27) | 18 | 17 | (60) | 43 | 40 | 40 | 40 | 40 | 45 | 50 | (40) | (50) | 60 | 18 | 35 |
| 9 | 10 - < 20 | (20) | | 70 | 60 | (16) | 45 | 40 | 22 | 50 | 25 | 40 | (58) | | 22 | 19 | (70) | 50 | 50 | 50 | 50 | 50 | 55 | 60 | 50 | 60 | | 22 | 40 |
| 10 | 5 - < 10 | 23 | | | | (18) | | 50 | (26) | 60 | 27 | 45 | | | 27 | 22 | (80) | 60 | 60 | 60 | | 60 | | 70 | | 70 | | 27 | (50) |
| 11 | 2 - < 5 | 25 | | | | | | 60 | | | | | | | | | | | | | | | | | | (80) | | | |

10. Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm bao gồm các thông tin sau:

- a) Viện dẫn tiêu chuẩn này;
- b) Nhận dạng mẫu thử;
- c) Tên và địa chỉ phòng thử nghiệm;
- d) Ngày tiến hành thử nghiệm;
- e) Ngày báo cáo kết quả thử;
- f) Bất kỳ các đặc điểm đã ghi nhận trong quá trình xác định, các thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này có thể ảnh hưởng đến kết quả của mẫu thử.

Thư mục tài liệu tham khảo

Dựa trên cơ sở T.C.N.B. 01-ICP/04. Phương pháp ICP-OES xác định đồng thời 36 nguyên tố trong mẫu địa hóa.
