

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

**TCVN 12125:2017
ISO 9599:2015**

**TINH QUẶNG ĐỒNG, CHÌ, KẼM VÀ NIKEN SULFUA -
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG ẨM TRONG MẪU PHÂN TÍCH -
PHƯƠNG PHÁP KHỐI LƯỢNG**

*Copper, lead, zinc and nickel sulfide concentrates - Determination of hygroscopic moisture
content of the analysis sample - Gravimetric method*

HÀ NỘI - 2017

Lời nói đầu

TCVN 12125:2017 hoàn toàn tương đương với ISO 9599:2015.

TCVN 12125:2017 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.

Tinh quặng đồng, chì, kẽm và niken sulfua – Xác định hàm lượng ẩm trong mẫu phân tích – Phương pháp khối lượng

Copper, lead, zinc and nickel concentrates – Determination of hygroscopic moisture content in analysis sample – Gravimetric method

CẢNH BÁO – Chất thải hoá chất-thuốc thử phải được xử lý theo cách thân thiện với môi trường không được gây tổn hại cho môi trường, con người, động vật, thực vật, v.v...

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp khối lượng để xác định hàm lượng ẩm trong mẫu phân tích của tinh quặng đồng, chì, kẽm và niken sulfua.

Phương pháp này có thể áp dụng cho các tinh quặng đồng, chì, kẽm và niken sulfua không có hóa chất tuyển nổi hữu cơ dễ bay hơi, ví dụ dầu hỏa, và có các hàm lượng ẩm từ 0,05 % (khối lượng) đến 2 % (khối lượng). Hàm lượng ẩm được sử dụng để hiệu chỉnh các kết quả phân tích từ mức ẩm cân bằng về trạng thái khô.

CHÚ THÍCH: Không nên báo cáo kết quả của phép xác định hàm lượng ẩm theo tiêu chuẩn này như một phần của phép phân tích mẫu tinh quặng. Khi cần xác định hàm lượng ẩm đồng của lô tinh quặng thương phẩm nên áp dụng ISO 10251. Phép xác định hàm lượng ẩm và phép xác định hàm lượng ẩm đồng có liên quan với nhau. Trong cả hai phép xác định đều cùng phải đạt trạng thái khô như nhau, nhằm đảm bảo chắc chắn hàm lượng kim loại chính xác của một lô.

Phương pháp này không áp dụng cho tinh quặng sulfua dễ bị oxy hóa (xem 6.3, Chú thích 2). Các loại tinh quặng sulfua dễ bị oxy hóa có thể áp dụng quy trình cải biến được mô tả trong Phụ lục A.

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)

ISO 10251, *Copper, lead, zinc and nickel concentrates – Determination of mass loss of bulk material on drying (Tinh quặng đồng, chì, kẽm và niken sulfua – Xác định hao hụt khối lượng của vật liệu đồng bằng phương pháp sấy khô)*

ISO 12743, *Copper, lead, zinc and nickel concentrates – Sampling procedures for determination of metal and moisture content* (Tinh quặng đồng, chì, kẽm và niken – Các qui trình lấy mẫu để xác định kim loại và hàm lượng ẩm).

3 Nguyên tắc

Phần mẫu thử đã cân trong không khí được sấy trong tủ có nhiệt độ duy trì tại $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ và tính phần trăm hàm lượng ẩm từ sự hao hụt khối lượng.

4 Hóa chất, thuốc thử

4.1 Chất hút ẩm, silica gel loại tự hiển thị, hoặc magie perchlorat khan.

5 Thiết bị, dụng cụ

Các thiết bị, dụng cụ thông thường trong phòng thử nghiệm và các thiết bị, dụng cụ sau.

5.1 Cân phân tích, chính xác đến 0,1 mg.

5.2 Tủ sấy phòng thử nghiệm, có khả năng duy trì nhiệt độ tại $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$.

5.3 Lọ cân, nông, bằng thủy tinh hoặc silica hoặc kim loại chịu ăn mòn, có nắp đậy ngoài khí, kín khí, đường kính khoảng 50 mm.

5.4 Đĩa phẳng hoặc khay.

6 Lấy mẫu và các mẫu thử

6.1 Qui định chung

Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu theo ISO 12743.

6.2 Mẫu phòng thử nghiệm

Sử dụng mẫu có kích thước hạt không lớn hơn 150 μm .

6.3 Chuẩn bị mẫu thử

Lấy một khối lượng mẫu phòng thử nghiệm đủ để dùng cho các phép phân tích hóa và phép xác định độ ẩm theo yêu cầu và chuyển vào đĩa phẳng hoặc khay (5.4). Trải mẫu thành lớp mỏng đều, dày khoảng 3 mm đến 5 mm. Đậy đĩa để tránh cho mẫu không bị bụi, nhưng cho phép dòng không khí thổi qua mặt mẫu. Để mẫu cân bằng với môi trường phòng thử nghiệm trong 2 h hoặc trong thời gian đủ dài để đạt được sự cân bằng.

Sự cân bằng đạt được bất cứ khi nào sự thay đổi về khối lượng của mẫu thử qua 2 h tiếp xúc với môi trường nhỏ hơn 0,1 %.

7 Cách tiến hành

7.1 Chuẩn bị lọ cân

Sấy lọ cân và nắp (5.3) bằng cách gia nhiệt trong tủ sấy phòng thử nghiệm (5.2) tại $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong 1 h. Chuyển lọ cân cùng nắp vào bình hút ẩm có chứa chất hút ẩm mới, phù hợp (4.1), và để nguội đến nhiệt độ môi trường. Lấy lọ và nắp ra khỏi bình hút ẩm, mở hé nắp lọ cân và đặt lại ngay, rồi cân chính xác đến 0,1 mg (khối lượng m_1).

7.2 Phần mẫu thử

Cân 10 g mẫu thử (6.2), chuyển vào lọ cân khô đã biết trước khối lượng (7.1), trải mẫu thành lớp mỏng đều dày từ 3 mm đến 5 mm. Ghi lại khối lượng lọ cân cùng nắp và phần mẫu thử chính xác đến 0,1 mg (khối lượng m_2). Trong 5 min tiếp theo, cân các phần mẫu thử cần dùng cho phép xác định các thành phần mà đối với các thành phần này giá trị phân tích cần hiệu chỉnh về trạng thái khô và chuyển các phần mẫu thử đó vào các vật chứa thích hợp dùng cho phép thử tiếp theo.

7.3 Xác định

Cho lọ cân chưa đặt nắp có chứa phần mẫu thử và nắp lọ vào tủ sấy phòng thử nghiệm (5.2) và sấy tại $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong 2 h. Sau thời gian 2 h, lấy lọ cân có chứa phần mẫu thử khô ra khỏi tủ, đặt nắp lại và để nguội đến nhiệt độ môi trường trong bình hút ẩm. Khi nguội, lấy lọ chứa phần mẫu thử khô và nắp ra khỏi bình hút ẩm, mở hé nắp lọ cân và đặt lại ngay, rồi cân lại chính xác đến 0,1 mg.

Lặp lại việc sấy tại $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong 2 h nữa, để nguội đến nhiệt độ môi trường trong bình hút ẩm, và tiến hành cân để xác định xem đã đạt được khối lượng không đổi chưa ($\pm 1\text{ mg}$). Nếu chưa đạt được khối lượng không đổi, thì lặp lại các bước sấy và cân như đã mô tả ở trên. Ghi lại khối lượng không đổi (m_3).

CHÚ THÍCH: Nếu khối lượng không đổi ($\pm 1\text{ mg}$) chưa đạt được sau ba lần sấy trong 2 h, thì áp dụng phương pháp nêu tại Phụ lục A.

8 Biểu thị kết quả

Hàm lượng ẩm, H, tính bằng phần trăm khối lượng, theo công thức sau:

$$H = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \times 100$$

trong đó

m_1 là khối lượng lọ cân đã khô và nắp của nó, tính bằng gam;

m_2 là khối lượng lọ cân có chứa mẫu thử và nắp của nó trước khi sấy, tính bằng gam;

m_3 là khối lượng lọ cân có chứa mẫu thử và nắp của nó sau khi sấy, tính bằng gam.

Tính hàm lượng ẩm của mẫu chính xác đến hai số sau dấu phẩy.

9 Báo cáo thử nghiệm (chỉ sử dụng trong nội bộ phòng thử nghiệm)

Báo cáo thử nghiệm bao gồm các thông tin sau:

- a) nhận dạng mẫu thử;
- b) viện dẫn tiêu chuẩn này;
- c) hàm lượng ẩm của mẫu thử;
- d) ngày thực hiện phép thử.

Phụ lục A

(qui định)

Phương pháp áp dụng cho các mẫu dễ bị oxy hóa – Sấy trong dòng nitơ**A.1 Nguyên tắc**

Làm khô phần mẫu thử đã cân trong dòng nitơ khô, không có oxy, trong tủ được nhiệt độ duy trì tại $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ và tính hàm lượng ẩm từ sự hao hụt về khối lượng.

A.2 Hóa chất, thuốc thử

A.2.1 Nitơ, khí khô có chứa hàm lượng oxy nhỏ hơn $30\text{ }\mu\text{l/l}$.

A.2.2 Chất hút ẩm, như silica gel loại tự nhiên, hoặc magie perchlorat khan.

A.3 Thiết bị, dụng cụ

Các thiết bị, dụng cụ thông thường trong phòng thử nghiệm và các thiết bị, dụng cụ sau.

A.3.1 Cân phân tích, có độ chính xác đến $0,1\text{ mg}$.

A.3.2 Tủ sấy nhỏ, có khả năng duy trì nhiệt độ tại $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$, có bộ cấp nitơ đã gia nhiệt trước (A.2.1) thổi qua tủ với tốc độ từ 15 đến 20 lần thể tích tủ trên giờ. Tủ sấy thích hợp được trình bày trong Hình 1.

A.3.3 Lọ cân, nông, bằng thủy tinh hoặc silica hoặc kim loại chịu ăn mòn, có nắp đậy ngoài khí, kín khí, đường kính khoảng 50 mm .

A.3.4 Lưu lượng kế, có khả năng đo dòng nitơ (A.2.1) thổi qua tủ (A.3.2).

A.3.5 Tháp sấy, dung tích khoảng 250 ml , được bao bọc bằng magie perchlorat (A.2.2) để làm khô nitơ (A.2.1).