

Số: 460 /QĐ-ĐCKS

Hà Nội, ngày 25 tháng 4 năm 2017

QUYẾT ĐỊNH

Về việc ban hành Tiêu chuẩn cơ sở

TỔNG CỤC TRƯỞNG TỔNG CỤC ĐỊA CHẤT VÀ KHOÁNG SẢN VIỆT NAM

Căn cứ Quyết định số 16/2014/QĐ-TTg ngày 19 tháng 02 năm 2014 của Thủ tướng Chính phủ quy định chức năng, nhiệm vụ, quyền hạn và cơ cấu tổ chức của Tổng cục Địa chất và Khoáng sản Việt Nam trực thuộc Bộ Tài nguyên và Môi trường;

Căn cứ Nghị định số 127/2007/NĐ-CP ngày 01 tháng 8 năm 2007 của Chính phủ quy định chi tiết thi hành một số điều của Luật tiêu chuẩn và quy chuẩn kỹ thuật;

Căn cứ Thông tư số 21/2007/TT-BKHCN ngày 28 tháng 9 năm 2007 của Bộ trưởng Bộ Khoa học và Công nghệ về việc Hướng dẫn xây dựng và áp dụng tiêu chuẩn;

Xét đề nghị của Vụ trưởng Vụ Chính sách và Pháp chế,

QUYẾT ĐỊNH:

Điều 1. Ban hành Tiêu chuẩn cơ sở: **TCCS 01:2017/ĐCKS**, Mẫu đất - Xác định hàm lượng các nguyên tố hóa học - Phương pháp phân tích XRF bằng thiết bị cầm tay hoặc di động

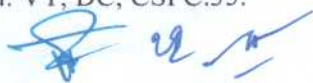
Áp dụng cho công tác điều tra cơ bản địa chất khoáng sản, đánh giá tiềm năng khoáng sản tại Việt Nam.

Điều 2. Quyết định này có hiệu lực kể từ ngày ký ban hành.

Chánh Văn phòng Tổng cục, Thủ trưởng các đơn vị trực thuộc Tổng cục chịu trách nhiệm thi hành Quyết định này./.

Nơi nhận:

- Như Điều 3;
- Lãnh đạo Tổng cục (để biết);
- Bộ trưởng Trần Hồng Hà (báo cáo);
- Thứ trưởng Nguyễn Linh Ngọc (báo cáo);
- Vụ KH&CN, Vụ Pháp chế;
- Lưu: VT, ĐC, CSPC.35.



TỔNG CỤC TRƯỞNG



Đỗ Cảnh Dương

TCCS 01: 2017/ĐCKS

Xây dựng lần 1

**Mẫu đất – Xác định hàm lượng các nguyên tố hóa học -
Phương pháp phân tích XRF bằng thiết bị cầm tay hoặc
di động**

HÀ NỘI - 2017

Lời nói đầu

TCCS 01: 2017 là kết quả của nghiên cứu đề tài cấp cơ sở "Nghiên cứu ứng dụng phương pháp phân tích XRF bằng thiết bị cầm tay trong điều tra cơ bản địa chất về khoáng sản tại Việt Nam" do Tổng cục Địa chất và Khoáng sản Việt Nam xây dựng.

Mẫu đất – Xác định hàm lượng các nguyên tố hóa học – Phương pháp huỳnh quang tia X bằng thiết bị cầm tay hoặc di động

1. Phạm vi áp dụng

Quy trình này quy định các yêu cầu cơ bản đối với phương pháp huỳnh quang tia X bằng thiết bị cầm tay hay di động để xác định hàm lượng các nguyên tố kim loại và oxit kim loại trong các mẫu đất, để có được các số liệu định tính hoặc bán định lượng phục vụ công tác điều tra cơ bản địa chất về khoáng sản tại Việt Nam đạt hiệu quả. Giới hạn phát hiện của các nguyên tố cho phép như sau

Al, Mg, Si từ 0,1%

P, S, Ba từ 0,01%

K, Ca từ 0,005%

Ag, Au, Pd, Pt, U, Th, Hg, Ce từ 50ppm

Ti, V, Cr, Mn, Fe, Cd, Sn, Sb, từ 20 ppm

Co, Ni, Cu, Pb, Zn, Bi, As, Se, Rb, Sr, Zn,

Y, Mo, Nb, Ta, W, Hf, Tl từ 10ppm

2. Nguyên lý của phương pháp

Khi bị tác động bởi một chùm tia X (bức xạ sơ cấp) có năng lượng thích hợp từ ống phát tia X hoặc từ nguồn đồng vị phóng xạ, các điện tử của lớp trong (lớp K, L, M) của các nguyên tố có trên bề mặt mẫu bị kích thích lên trạng thái năng lượng cao hơn. Khi trở về trạng thái cơ bản ban đầu sẽ phát ra bức xạ thứ cấp (bức xạ huỳnh quang đặc trưng) với năng lượng và bước sóng đặc trưng cho mỗi nguyên tố và cường độ của bức xạ tia X thứ cấp tỷ lệ với mật độ (hàm lượng) của nguyên tố đó.

Bằng cách xác định cường độ bức xạ của tia X thứ cấp theo bước sóng đặc trưng (Huỳnh quang tia X phân tán theo bước sóng WD-XRF) hoặc theo mức năng lượng đặc trưng (huỳnh quang tia X theo năng lượng ED- XRF), tương ứng với nguyên tố cần phân tích để xác định hàm lượng của nguyên tố đó.

Việc phân tích theo nguyên lý phân tán theo bước sóng (WD-XRF) hoặc theo phân tán năng lượng (ED-XRF) được thực hiện nhờ cấu trúc, hệ thống quang học và đầu dò của thiết bị phân tích tương ứng.

3. Thiết bị, dụng cụ

3.1 Thiết bị phân tích huỳnh quang tia X theo năng lượng (ED-XRF) hoặc theo bước sóng (WD-XRF) có thiết kế tương ứng và phù hợp của nhà sản xuất.

3.2 Các thành phần cơ bản của thiết bị phân tích huỳnh quang tia X bao gồm:

3.2.1 Nguồn phát bức xạ tia X sơ cấp: ống phát tia X hoặc nguồn đồng vị phóng xạ với công suất thích hợp.

3.2.2 Hệ thống quang học, bộ phận thu nhận tín hiệu

3.2.3 Máy tính kết nối với thiết bị hoặc gắn liền thiết bị với phần mềm điều khiển, ghi nhận phân tích và xử lý số liệu.

3.3 Thiết bị huỳnh quang tia X phải đáp ứng các yêu cầu sau:

3.3.1 Đường chuẩn phân tích của thiết bị có thể hiệu chỉnh, cập nhật được trực tiếp hoặc qua máy tính kết nối với thiết bị. Đường chuẩn phân tích phải được hiệu chỉnh và kiểm tra với mẫu chuẩn phù hợp với đối tượng nghiên cứu trước khi thực hiện phân tích mẫu theo đúng hướng dẫn sử dụng của nhà sản xuất.

3.3.2 Kết quả phân tích phải được lưu lại trong máy tính kết nối với thiết bị hoặc được lưu giữ tạm thời trong thiết bị để trích xuất xử lý.

3.3.3 Tấm nền được sản xuất riêng cho thiết bị, cung cấp một nền trung tính khi phân tích mẫu nhỏ, loại bỏ nhiễu từ các vật liệu khác phía dưới hoặc xung quang mẫu. Tấm nền đồng thời cũng hấp thụ tia X, an toàn hơn do tia X có thể xuyên qua mặt bàn hoặc các bề mặt khác.

CHÚ THÍCH: Thiết bị dụng cụ có thể sử dụng trong phòng thí nghiệm hay tại thực địa nhiệt độ từ -10°C đến 50°C, độ ẩm từ 40% đến 80%. Thiết bị phải được cấp nguồn ổn định để đảm bảo có thể hoạt động liên tục. Khu vực bố trí máy cầm tay tránh các tác động bên ngoài như: máy phát điện, máy hàn, sóng điện từ, điện cao áp

3.4 Mẫu chuẩn

3.4.1 Mẫu chuẩn sử dụng để kiểm tra, hiệu chuẩn đường chuẩn phân tích cho thiết bị. Sử dụng mẫu chuẩn có kèm theo chứng nhận của nhà sản xuất.

3.5 Dụng cụ

3.5.1. Cối, chày,

3.5.2 Rây có kích thước nhỏ hơn hoặc bằng 1mm;

3.5.3 Cốc đựng mẫu bằng nhựa, cốc thùng 2 đầu, đường kính 30mm. Loại cốc phù hợp cho thiết bị XRF được sử dụng.

3.5.4 Màng bọc mẫu màng phim làm bằng polypropylene dày 0,025 mm

3.5.5 Túi đựng mẫu nylon sạch, thấu quang, size 0,04mm*150mm*100mm chất liệu polypropylene, có mép khóa.

3.5.6 Hộp đựng mẫu bằng nhựa (propylen) phù hợp cho chuẩn bị, xử lý mẫu và có thể thực hiện phép đo trực tiếp.

3.5.7 Khay để mẫu

4. Chuẩn bị thiết bị và mẫu thử

4.1 Chuẩn bị thiết bị

4.1.1 Vận hành thiết bị theo hướng dẫn của nhà sản xuất thiết bị.

4.1.2 Kiểm tra thiết bị kiểm tra kết nối với máy tính, kiểm tra các thông số cần thiết, thực hiện phân tích kiểm tra trên mẫu chuẩn đi kèm với thiết bị. Trong trường hợp cần thiết sử dụng mẫu tham khảo có các thành phần nguyên tố (hoặc oxit) tương tự như các đối tượng mẫu cần phân tích

Sử dụng kết quả từ 1-3 mẫu tham khảo là mẫu lấy tại vùng nghiên cứu, đúng đối tượng. Tiến hành phân tích bằng phương pháp khác có độ chính xác cao hơn.

Trong trường hợp xây dựng đường chuẩn phân tích mới phải sử dụng từ 10 đến 12 mẫu chuẩn có hàm lượng các nguyên tố (hoặc oxit) phù hợp với khoảng hàm lượng của mẫu cần xác định.

4.2 Chuẩn bị mẫu thử

4.2.1 Với mẫu sẽ phân tích tại văn phòng thực địa hoặc tại phòng thí nghiệm.

4.2.1.1 Mẫu được lấy theo các quy định hiện hành, quy định về lấy mẫu địa hóa đất phủ. Mẫu phải được làm khô ở điều kiện tự nhiên, được bảo quản nơi khô ráo.

Mẫu được gia công sơ bộ qua rây 1mm, trộn đều; chia đối đỉnh lấy ra từ 35 đến 50 gam để phân tích.

4.2.1.2 Nếu sử dụng một túi nilon chất liệu polypropylen để đựng mẫu phân tích thay cho cốc, phải ép mẫu sát lên thành túi để tạo ra một bề mặt phẳng, mịn trên bề mặt lớp mẫu phân tích. Độ dày của lớp mẫu phân tích phải lớn hơn hoặc bằng 5 mm.

4.2.2 Với mẫu sẽ phân tích nhanh tại thực địa (vị trí lấy mẫu).

Mẫu đất, đá và quặng bở rời cần loại bỏ các mảnh vụn như lá cây, cỏ, đá cục và phần mẫu ẩm ướt quá mức ra khỏi mẫu cần phân tích. Chọn bề mặt mẫu có kích thước hạt nhỏ và đồng đều để phân tích.

Với cách phân tích này kết quả sẽ cho sai số lớn hơn vì vậy cần thực hiện phép đo nhiều điểm trên một mẫu (tối thiểu 10 điểm). Kết quả phân tích mẫu tại thực địa chỉ có giá trị phát hiện, để định hướng thực hiện các hoạt động tiếp theo có hiệu quả.

5. Cách tiến hành

5.1 Tiến hành phép đo khi đặt máy trên giá đỡ (di động)

5.1.1 Đặt mẫu.

Với cốc mẫu: Ép mẫu vào cốc bằng cách, đặt miếng màng bọc lên cốc, lắp khóa giữ màng, kéo căng màng, cho vào ≥ 5 gam mẫu sao cho đủ để ép tạo ra một bề mặt phẳng, mịn. Xếp thứ tự các cốc mẫu đã ép đã khay. Đặt lần lượt từng mẫu vào vị trí lên để đặt mẫu của máy sao cho màng phim xuống dưới. Đóng nắp trên của thiết bị. Tiến hành phép đo.

Với túi đựng mẫu: Đặt lần lượt các túi mẫu đã được chuẩn bị theo quy định tại **mục 4.2.1.2** vào vị trí đặt mẫu để tiến hành phép đo.

5.1.2 Phép đo

Khởi động máy: Bấm và giữ nút nguồn, thiết bị sẽ khởi động. Bật máy, lập danh mục mẫu, lý lịch mẫu vào phần mềm thiết bị (có cả mẫu lặp). Cài đặt thời gian 60 đến 90 giây cho 1 phép đo, thời gian phân tích tùy thuộc nhóm nguyên tố khảo sát.

Phân tích xong 10 mẫu phải phân tích lặp lại 1 mẫu để kiểm tra độ ổn định của thiết bị. Hiệu chuẩn lại khi các nguyên tố chính và nguyên tố chỉ thị khoáng sản nghiên cứu trong mẫu lặp có sai số vượt quá 100%.

Lưu ý phải thực hiện phép đo lần lượt để đảm bảo mẫu phân tích đúng số hiệu theo thứ tự mẫu trong danh mục đã lập.

5.2 Tiến hành phép đo khi không có giá đỡ

Đặt thứ tự từng mẫu theo danh sách đã lập trên tấm nền, giữ và đặt thiết bị đến sát bề mặt mẫu cần phân tích, tiến hành phép đo như mục 5.1.2.

Với mẫu phân tích trực tiếp ngay tại điểm lấy mẫu, phân tích trên bề mặt mẫu có cỡ hạt tương đối đồng đều. Tối thiểu 10 vị trí khác nhau được phân bố đều trên bề mặt mẫu. Thời gian phân tích 90 giây. Kết quả thử nghiệm là kết quả trung bình của 10 vị trí phân tích.

5.3 Kiểm tra, xử lý kết quả phân tích

Rà soát kết quả đã lưu trên máy tính. Kiểm tra, lựa chọn và yêu cầu phân tích lại các mẫu có kết quả phân tích xuất hiện giá trị bất thường, không ổn định.

5.4 Kiểm soát chất lượng thiết bị

5.4.1 Kiểm tra máy quang phổ XRF theo hướng dẫn của nhà sản xuất. Sử dụng các tài liệu tham khảo khuyến cáo của nhà sản xuất để xác nhận các điều kiện bình thường của máy quang phổ XRF.

5.4.2 Khi kết quả kiểm tra không phù hợp với thông số kỹ thuật của nhà sản xuất, thực hiện các hiệu chỉnh đường chuẩn hoặc xây dựng lại đường chuẩn và tái kiểm tra các máy quang phổ XRF bằng cách sử dụng các tài liệu tham khảo tương tự **điều 5.4.1**.

6. Lập phiếu kết quả phân tích

Phiếu kết quả phân tích chuyển giao sử dụng bao gồm các thông tin sau:

- a) Tên, loại thiết bị thử nghiệm;
- b) Ngày, địa điểm thực hiện;
- c) Người chuẩn bị mẫu thử, người phân tích mẫu, người kiểm tra (5.3);
- c) Các chi tiết cần thiết để nhận dạng mẫu thử;
- d) Kết quả của phép phân tích;
- e) Số viện dẫn của kết quả;
- f) Các ghi chú (nếu có)

