ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
TRƯỜNG ĐẠI HỌC SƯ PHẠM

NGUYỄN THỊ MAI PHƯƠNG

NGHIÊN CỨU XÁC ĐỊNH MỘT SỐ TẠP CHẤT TRONG VẬT LIỆU ZIRCONI ĐỘ SẠCH CAO SAU KHI TÁCH NỀN BẰNG PHƯƠNG PHÁP CHIẾT DUNG MÔI

LUẬN VĂN THẠC SĨ HOÁ HỌC

THÁI NGUYÊN - 2018

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
TRƯỜNG ĐẠI HỌC SƯ PHẠM

NGUYỄN THỊ MAI PHƯƠNG

NGHIÊN CỨU XÁC ĐỊNH MỘT SỐ TẠP CHẤT TRONG VẬT LIỆU ZIRCONI ĐỘ SẠCH CAO SAU KHI TÁCH NỀN BẰNG PHƯƠNG PHÁP CHIẾT DUNG MÔI

Hóa phân tích
Mã ngành: 8.44.01.18

LUẬN VĂN THẠC SĨ HOÁ HỌC

Người hướng dẫn khoa học: TS. Chu Mạnh Nhương

THÁI NGUYÊN - 2018

LỜI CAM ĐOAN

Tôi xin cam đoan: Đề tài: **"Nghiên cứu xác định một số tạp chất trong vật liệu zirconi độ sạch cao sau khi tách nền bằng phương pháp chiết dung môi**" là do bản thân tôi thực hiện. Các số liệu, kết quả trong đề tài là trung thực. Nếu sai sự thật tôi xin chịu trách nhiệm.

Thái nguyên, tháng 06 năm 2018

Tác giả luận văn

Nguyễn Thị Mai Phương

Xác nhận	**Xác nhận**
của Trưởng khoa chuyên môn	**của giáo viên hướng dẫn**
PGS.TS. Nguyễn Thị Hiền Lan	**TS. Chu Mạnh Nhương**

LỜI CẢM ƠN

Trước tiên, em xin chân thành cảm ơn **TS. Chu Mạnh Nhương,** thầy giáo trực tiếp hướng dẫn em làm luận văn này. Cảm ơn các thầy, cô giáo Khoa Hóa học, các thầy cô đã giảng dạy, tạo điều kiện thuận lợi và giúp đỡ em trong quá trình học tập, nghiên cứu, để hoàn thành luận văn khoa học.

Em xin chân thành cảm ơn các thầy, cô giáo và các cán bộ phòng thí nghiệm Hoá phân tích - Khoa Hóa học, Trường Đại học Sư phạm - Đại học Thái Nguyên và các bạn đồng nghiệp đã giúp đỡ, tạo điều kiện thuận lợi để em hoàn thành luận văn.

Mặc dù đã có nhiều cố gắng, song do thời gian có hạn, khả năng nghiên cứu của bản thân còn hạn chế, nên kết quả nghiên cứu có thể còn nhiều thiếu sót. Em rất mong nhận được sự góp ý, chỉ bảo của các thầy giáo, cô giáo, các bạn đồng nghiệp và những người đang quan tâm đến vấn đề đã trình bày trong luận văn, để luận văn được hoàn thiện hơn.

Em xin trân trọng cảm ơn!

Thái Nguyên, tháng 06 năm 2018

Tác giả

Nguyễn Thị Mai Phương

DANH MỤC KÍ HIỆU VÀ CHỮ VIẾT TẮT

Chữ viết tắt	Tiếng anh	Tiếng việt
EDX	Energy-dispersive X-ray Spectroscopy	Phổ tán sắc năng lượng tia X
FT-IR	Fourrier Transformation InfraRed	Phổ hồng ngoại
ICP-MS	Inductivity Coupled Plasma Mass Spectrography	Phổ khối plasma cảm ứng
Ims	Impurities	Các tạp chất
LO	Loading organic	Dung lượng pha hữu cơ
PC88A	2-ethyl hexyl phosphonic acid mono-2-ethyl hexyl ester	Di-2-etyl hexyl photphonic axit
TBP	Tri butyl phosphat	Tributyl photphat
UV – Vis	Ultraviolet –Visble	Phổ tử ngoại - khả kiến
V_a	The volume of aqueous phase	Thể tích pha nước
V_o	The volume of the organic phase	Thể tích pha hữu cơ
XO	Xylenol orange	Xylen da cam
Zr	Zirconium	Zirconi
$[Zr]_{bđ}$	The initial concentration of Zr	Nồng độ ban đầu của Zr
$[Zr]_a$	The aqueous phase concentration of Zr	Nồng độ Zr(IV) ở pha nước
$[Zr]_o$	The organic phase concentration of Zr	Nồng độ của Zr ở pha hữu cơ

MỤC LỤC

Trang

Trang phụ bìa

Lời cam đoan i

Lời cảm ơn ii

Danh mục kí hiệu và chữ viết tắt iii

Mục lục iv

Danh mục bảng biểu v

Danh mục các hình vi

MỞ ĐẦU 1

Chương 1. TỔNG QUAN TÀI LIỆU 3

1.1. Giới thiệu về Zr và hợp chất của nó 3

1.1.1. Giới thiệu về Zr 3

1.1.2. Hợp chất của zirconi 7

1.2. Tình hình nghiên cứu tách Zr(IV) bằng chiết dung môi 9

1.2.1. Tình hình nghiên cứu tách Zr(IV) trên thế giới 9

1.2.2. Tình hình nghiên cứu tách Zr(IV) ở Việt Nam 11

1.3. Giới thiệu về tác nhân chiết 12

1.4. Các phương pháp nghiên cứu 13

1.4.1. Phương pháp phổ hồng ngoại và phổ tử ngoại 13

1.4.2. Phương pháp đường chuẩn 16

1.4.3. Phương pháp chiết lỏng - lỏng 16

1.4.4. Phương pháp phân tích ICP-MS trong xác định tạp chất 19

Chương 2. THỰC NGHIỆM 23

2.1. Thiết bị, dụng cụ, hóa chất 23

2.1.1. Thiết bị, dụng cụ 23

2.1.2. Hóa chất 23

2.2. Pha chế 24

2.2.1. Pha chế dung dịch axit HNO_3 24

2.2.2. Pha dung dịch chất chỉ thị XO 24
2.2.3. Pha dung môi chiết..... 24
2.3. Phá mẫu và pha dung dịch axit Zr(IV)..... 25
2.4. Đường chuẩn xác định Zr(IV)..... 27
2.4.1. Khảo sát phổ hấp thụ phân tử của XO và ZrXO..... 27
2.4.2. Xây dựng đường chuẩn xác định Zr(IV)..... 28
2.5. Các yếu tố ảnh hưởng đến hiệu suất chiết Zr(IV) bằng các tác nhân PC88A, TBP..... 29
2.6. Quá trình tách nền Zr(IV) và phép đo ICP-MS 30
2.6.1. Quá trình tách nền Zr(IV) 30
2.6.2. Nghiên cứu các điều kiện tối ưu của máy ICP-MS..... 31
2.7. Đánh giá phương pháp phân tích và xử lý số liệu thực nghiệm 33
2.7.1. Đánh giá thống kê so sánh giá trị trung bình cộng với giá trị biết trước... 33
2.7.2. Độ chính xác độ đúng độ chụm của phép phân tích 34
Chương 3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN 35
3.1. Khảo sát phổ hồng ngoại (IR) và tử ngoại (UV-Vis) của dung dịch Zr(IV)-HNO_3, dung môi chiết (S) và phức Zr(IV)-HNO_3-S 35
3.1.1. Với dung môi chiết PC88A-toluen 35
3.1.2. Với dung môi chiết TBP-toluen..... 39
3.2. Nghiên cứu các điều kiện chiết Zr(IV) bằng TBP và PC88A 43
3.2.1. Ảnh hưởng của loại axit đến hiệu suất chiết Zr(IV)..... 43
3.2.2. Ảnh hưởng của nồng độ axit đến hiệu suất chiết Zr(IV) 44
3.2.3. Ảnh hưởng của nồng độ dung môi đến hiệu suất chiết Zr(IV)..... 46
3.2.4. Ảnh hưởng của thời gian tiếp xúc pha đến hiệu suất chiết Zr(IV) 49
3.2.5. Ảnh hưởng của tỉ lệ thể tích hai pha đến hiệu suất chiết Zr(IV) 50
3.2.6. Xác định dung lượng chiết Zr(IV) của dung môi chiết..... 51
3.3. Phân tích tạp chất trong mẫu chuẩn Zircaloy 360b..... 53
3.3.1. Phá mẫu Zircaloy 360b 53

3.3.2. Đánh giá quy trình phân tích 53
3.4. Phân tích Ims trong mẫu ZrO_2 Viện Công nghệ xạ hiếm (CNXH) 56
3.4.1. Chuẩn bị phá mẫu ZrO_2 56
3.4.2. Kết quả xác định tạp chất trong ZrO_2 bằng ICP-MS 57
3.4.3. Xác định thành phần sản phẩm ZrO_2 sau khi giải chiết 59
3.5. Đề xuất sơ đồ phân tích tạp chất trong vật liệu zirconi 60
TÀI LIỆU THAM KHẢO 64
PHỤ LỤC

DANH MỤC BẢNG BIỂU

Trang

Bảng 1.1. Một số đặc điểm, tính chất vật lí quan trọng của Zr 4
Bảng 1.3. Tần số dao động hóa trị của các nhóm nguyên tử thường gặp (cm^{-1}) 14
Bảng 2.1. Giá trị độ hấp thụ quang của các dung dịch đường chuẩn.....28
Bảng 2.2. Số khối các nguyên tố được chọn để phân tích bằng ICP-MS 32
Bảng 2.3. Một số thông số đo trên máy ICP-MS Nixon 300Q 33
Bảng 3.1. Tóm tắt sự chuyển dịch các bước sóng của dung dịch Zr(IV)-HNO_3, PC88A-toluen và Zr(IV)-HNO_3-PC88A-toluen (cm^{-1}) 37
Bảng 3.2. Tóm tắt sự chuyển dịch các bước sóng của dung dịch Zr(IV)-HNO_3, TBP-toluen và Zr(IV)-HNO_3 -TBP-toluen (cm^{-1}) 41
Bảng 3.3. Ảnh hưởng của loại axit đến hiệu suất chiết Zr(IV) bằng PC88A 0,01M-toluen và TBP 0,01M-toluen 43
Bảng 3.4. Ảnh hưởng của nồng độ HNO_3 đến hiệu suất chiết Zr(IV) 5.10^{-3}M bằng PC88A 0,01M-toluen và TBP 0,01M-toluen.....45
Bảng 3.5. Ảnh hưởng của nồng độ PC88A-toluen và TBP-toluen đến hiệu suất chiết Zr(IV) trong HNO_3 3,0M; 8,0M 46
Bảng 3.6. Ảnh hưởng của thời gian tiếp xúc pha đến hiệu suất chiết Zr(IV) 5.10^{-3}M bằng PC88A 0,01M-toluen và TBP 0,01M-toluen.....49
Bảng 3.7. Ảnh hưởng của tỉ lệ thể tích hai pha đến hiệu suất chiết Zr(IV) 5.10^{-3}M bằng PC88A 0,01M-toluen và TBP 0,01M-toluen.....50
Bảng 3.8. Dung lượng chiết Zr(IV) 5.10^{-3} của PC88A 0,01M-toluen và TBP 0,01M-toluen 52
Bảng 3.9. Kết quả phân tích Ims trong Zircaloy 360b sau khi tách nền Zr(IV) bằng PC88A-toluen bằng ICP-MS (sau 5 lần đo) 54
Bảng 3.10. Kết quả phân tích Ims trong Zircaloy 360b sau khi tách nền Zr(IV) bằng TBP-toluen bằng ICP-MS (sau 5 lần đo).....55
Bảng 3.11. Hàm lượng tạp chất trong ZrO_2 (CNXH) sau khi tách nền Zr(IV) bằng PC88A 0,01M-toluen (sau 3 lần đo).....57
Bảng 3.12. Hàm lượng tạp chất trong ZrO_2 (CNXH) sau khi tách nền Zr(IV) bằng TBP 0,01M-toluen (sau 3 lần đo) 58

DANH MỤC CÁC HÌNH

Trang

Hình 1.1. Kim loại zirconi....3
Hình 1.2. Cấu trúc tinh thể của ZrO_2 8
Hình 1.3. Bột ZrO_2 8
Hình 1.4. Các bộ phận chính của máy ICP-MS 20
Hình 2.1. Chén teflon 25
Hình 2.2. Vỏ thép 25
Hình 2.3. Sự thay đổi đổi màu của dung dịch trước (a) và ngay sau khi kết thúc chuẩn độ (b) 27
Hình 2.4. Phổ UV- Vis của XO và ZrXO 28
Hình 2.5. Đường chuẩn xác định Zr(IV) bằng XO ở bước sóng 536 nm 28
Hình 2.6. Sơ đồ chung quá trình tách nền Zr(IV) và xác định tạp chất 31
Hình 3.1. Phổ IR của dung dịch Zr(IV)-HNO_3 3,0M 35
Hình 3.2. Phổ IR của dung môi PC88A 36
Hình 3.3. Phổ IR của phức Zr(IV)-HNO_3-PC88A-toluen 36
Hình 3.4. Phổ UV-Vis của Zr(IV)-HNO_3 3,0M 38
Hình 3.5. Phổ UV-Vis của PC88A-toluen....38
Hình 3.6. Phổ UV-Vis của Zr-HNO_3-PC88A-toluen 38
Hình 3.7. Phổ IR của dung dịch Zr(IV)-HNO_3 8,0M 39
Hình 3.8. Phổ IR của dung môi TBP-toluen 40
Hình 3.9. Phổ IR của dung dịch phức Zr(IV)-HNO_3 -TBP-toluen 40
Hình 3.10. Phổ UV-Vis của dung dịch Zr(IV)-HNO_3 8,0M 42
Hình 3.11. Phổ UV-Vis của dung môi TBP-toluen....42
Hình 3.12. Phổ UV-Vis của phức Zr(IV)-HNO_3 -TBP-toluen....42
Hình 3.13. Ảnh hưởng của loại axit đến hiệu suất chiết Zr(IV) 5.10^{-3}M bằng PC88A 0,01M-toluen 44
Hình 3.14. Ảnh hưởng của loại axit đến hiệu suất chiết Zr(IV) 5.10^{-3}M bằng TBP 0,01M-toluen....44
Hình 3.15. Sự phụ thuộc của hiệu suất chiết Zr(IV) 5.10^{-3}M vào nồng độ HNO_3 bằng PC88A 0,01M-toluen 45