



Cộng hòa Xã hội Chủ nghĩa Việt Nam

Tiêu chuẩn Việt Nam

**THIỆC – PHƯƠNG PHÁP PHÂN TÍCH QUANG PHỔ.
*Xác định hàm lượng chì, bitmut, sắt, antimon, asen, đồng***

TCVN 2182-87

HÀ NỘI

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

Nhóm B

T H I Ế C		TCVN
Phương pháp phân tích quang phổ xác định hàm lượng bitmut, sắt, đồng, chì, antimon và arsen		2182 - 87
Олово.	Tin	
Метод спектрального определения висмута, железа, меди, свинца, сурьмы и мышьяка.	Spectral methods for determination of bismuth, iron, copper, lead, antimony and arsenic .	Khuyến khích áp dụng

Tiêu chuẩn này ban hành thay thế TCVN 2182-77 .

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp phân tích quang phổ xác định hàm lượng các nguyên tố bitmut, sắt, đồng, chì, antimon và arsen trong thiếc .

1 . Yêu cầu chung .

Ngoài những yêu cầu chung trong TCVN 2172-87 còn bổ sung thêm cách lấy mẫu phân tích dạng dúc thanh hay trụ tròn đường kính 8 mm, dài 70 - 80 mm, với số lượng 4 thanh . Mẫu để phân tích được khoan tại nhiều điểm khác nhau. Phoi này được nấu chảy lại trong chén graphit có phủ lên 1 lớp nhựa thông, dày nắp kín và nung ở nhiệt độ 240 - 250°C . Sau đó đổ vào khuôn có kích thước trên. Đường kính của mẫu phân tích và mẫu chuẩn phải giống nhau. Không được sử dụng điện cực còn lại ngắn hơn 30 mm .

2 . Xác định hàm lượng các nguyên tố tạp chất trong thiếc bằng phương pháp phân tích quang phổ.

2.1. Bản chất phương pháp .

Phương pháp này dựa trên cơ sở chụp phổ các nguyên tố

tạp chất trong thiếc với sự kích thích phổ bằng tia điện. Phương pháp này còn gọi là phương pháp 3 mẫu chuẩn. Phương pháp này cho phép xác định hàm lượng phần trăm các nguyên tố tạp chất trong giới hạn quy định :

Bitmut	từ 0,001	đến 0,15 %
Sắt	▪ 0,005	▪ 0,06 %
Đồng	▪ 0,003	▪ 0,15 %
Chì	▪ 0,010	▪ 1,00 %
Antimon	▪ 0,004	▪ 0,30 %
asen	▪ 0,010	▪ 0,07 %

2.2. Thiết bị hoá chất và các nguyên liệu cần thiết .

Máy phân tích quang phổ chụp ảnh (bất kỳ loại máy nào có bộ phận chụp ảnh) hoặc máy phân tích quang phổ tự ghi ;

Máy phát tia điện ;

Máy vi quang kế ;

Máy xác định vạch phổ ;

Lò mung đảm bảo mung được 500°C ;

Chén graphít (hoặc graphít samốt) có nắp đậy ;

Khuôn để đúc mẫu điện cực có đường kính 8 mm và dài 70 - 80 mm ;

Dũa để dũa đầu điện cực ;

Bộ mẫu tiêu chuẩn về thành phần hoá học các nguyên tố tạp chất trong thiếc tương ứng với hàm lượng các nguyên tố cần xác định ở trên được xác định bằng phương pháp phân tích quang phổ định lượng của Nhà nước ;

Kính phân để chụp phổ ;

Thuốc biến và giữ hình .

2.3. Tiến hành phân tích

2.3.1. Phải gia công mặt đầu của mẫu phân tích và mẫu tiêu chuẩn thật phẳng .

2.3.2. Chụp phim các phổ của mẫu phân tích và mẫu tiêu chuẩn được tiến hành trên máy quang phổ chụp ảnh. Khoảng cách màng chắn và độ rộng của khe sáng phải lựa chọn ở mức độ tối ưu. Sự lựa chọn này phụ thuộc vào từng loại máy. Thời gian phát sáng là 45 giây

2.3.3. Nguồn kích phổ là máy phát tia điện được phóng điện giữa thanh mẫu phân tích và điện cực ở điện thế cao. Phổ của mẫu phân tích và mẫu tiêu chuẩn phải chụp chung trên cùng một kính phim. Mỗi một mẫu tiêu chuẩn chụp ít nhất là 3 phổ, mỗi mẫu thí nghiệm chụp 5 phổ. Kính phim sau khi chụp xong ngâm trong thuốc hiện từ 4 - 6 phút ở 19 - 20°C. Tráng nước rồi ngâm vào thuốc hãm cũng ở nhiệt độ trên trong 10 phút. Tráng lại bằng nước và ngâm nước tiếp 15 phút, cuối cùng tráng lại bằng nước, để khô.

Kính phim đã chụp phổ được đưa vào máy vi quang kế để đo độ đen các vạch phổ của các nguyên tố cần xác định cùng với vạch so sánh.

Đường sóng của vạch phổ nguyên tố cần phân tích và vạch so sánh theo quy định trong bảng 1 .

Bảng 1

Vạch nguyên tố phân tích mm	Vạch so sánh, mm	Khoảng hàm lượng, %
Bi 306,77	Sn 322,35	0,001 - 0,15
Fe 302,06	Sn 322,35	0,005 - 0,06
Cu 327,39	Sn 322,35	0,003 - 0,15
Pb 283,30	Sn 276,77	0,006 - 1,00
Sb 252,85	Sn 236,82	0,004 - 0,30
As 234,98	Sn 236,82	0,010 - 0,07

Chú thích : thuốc hiện gồm các chất và thứ tự hoà tan như sau :

Dung dịch a - 500 ml nước
- 1 g metol
- 26 g natri sulfit
- 5 g hydroquinon
- 1 g kali bromua

Dung dịch b - 12 g natri cacbonat
- 500 ml nước

Trước khi dùng, pha dung dịch a với dung dịch b theo tỷ lệ 1 + 1 .

Thuốc hãm gồm các chất và thứ tự cách hoà tan như sau:

- 250 g natri thiosulfit
- 20 g natri sulfit

Tất cả pha nước đến 1000 ml .

2.4. Tính kết quả .

2.4.1. Hiệu số trung bình độ đen của từng vạch phổ của nguyên tố trong mẫu phân tích với vạch so sánh được gọi là s_{tt} .

Hiệu số trung bình độ đen của từng vạch phổ nguyên tố tạp chất trong mẫu chuẩn với vạch so sánh được gọi là s_c .

Căn cứ vào từng kết quả s với hàm lượng phần trăm của từng nguyên tố tạp chất tương ứng trong mẫu chuẩn (gọi là L_{GC}) để xây dựng đồ thị chuẩn với toạ độ $s-L_{GC}$.

Từ s_{tt} ở trên đối chiếu với đồ thị chuẩn sẽ suy ra hàm lượng nguyên tố tương ứng trong mẫu phân tích .

2.4.2. Xác suất độ tin cậy phải đạt ở $P = 0,95$ và sai số cho phép giữa các kết quả của việc xác định song song không được vượt quá những trị số quy định trong bảng 2.

Bảng 2

Nguyên tố xác định	Hàm lượng nguyên tố xác định, %	Sai lệch cho phép (tuyệt đối) %
Bi	Từ 0,001 đến 0,002	0,0006
	Lớn hơn 0,002	0,0008
	" 0,005	0,0005
	" 0,008	0,0020
	" 0,02	0,0050
	" 0,04	0,010
	" 0,08	0,015
Fe	Từ 0,005	0,0020
	Lớn hơn 0,010	0,0040
	" 0,03	0,0080
Cu	Từ 0,003	0,0010
	Lớn hơn 0,005	0,0020
	" 0,008	0,0030
	" 0,020	0,0050
	" 0,060	0,0100
Pb	Từ 0,01	0,003
	Lớn hơn 0,02	0,005
	" 0,05	0,010
	" 0,10	0,030
	" 0,30	0,050
	" 0,60	0,100
Sb	Từ 0,004	0,002
	Lớn hơn 0,008	0,003
	" 0,020	0,005
	" 0,060	0,010
	" 0,10	0,020
As	Từ 0,01	0,005
	Lớn hơn 0,04	0,010