TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

Nhóm B

THIẾC Phương pháp xác định hàm lượng bitmut	TCVN 2179-87
Олово Метод определения содержания висмута.	Tin Method for the determination of Bimut content Có hiệu lực từ 01/7/1988

Tiêu chuẩn này ban hành thay thế TCVN 2179-77.

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp so màu và phương pháp hấp thụ nguyên tử để xác định hàm lượng bitmut từ 0,002 đến 0,10 % trong thiếc.

Khi tiến hành phân tích phải tuân thec những yêu cầu chung trong TCVN 2172-87.

1. Phương pháp so màu

1.1. Bản chất phương pháp

Phương pháp này dựa trên cơ sở mẫu được hoà tan trong hỗn hợp axit clohydric, axit bromhydric với brôm. Thiếc được loại ra dưới dạng bromua. Tiến hành đo mật độ quang của phức bitmút với thiourê trong môi trường axit pecloric ở bước sóng 440 nm.

1.2. Thiết bị, hoá chất và dung dịch

Máy phổ kế hoặc máy so màu quang điện cùng các dụng cụ kèm theo.

Axit clohydric d 1,19 ;

Axit bromhydric d 1,49 ;

Brom ;

Hỗn hợp axit để hoà tan (pha dùng ngay) 45 ml axit pecloric 45 ml axit brômhydric và 10 ml nước brôm.

Axit pecloric d 1,67 ;
Axit nitric d 1,40 và dung dịch (1 + 1) ;
Thiourê dung dịch 10 % (pha dùng ngay) ;
Bitmut kim loại

Dung dịch bitmut chuẩn: 0,1 g bitmut hoà tan trong 30ml dung dịch axit nitric, đun sôi để loại khí oxyt nitơ. Để nguội chuyển dung dịch vào bình định mức dung tích 1000 ml, trong đó có chứa 100 ml dung dịch axit nitric, thêm nước đến vạch lắc đều.

1 ml dung dịch chuẩn này chứa 0,1 mg bitmut.

1.3. Tiến hành phân tích

Bảng 1

Hàm lượng bitmut, %	Lượng cân mẫu, g
Đến 0,01	2
Lớn hơn 0,01 đến 0,05	1
" 0,05 " 0,10	0,5

1.3.1. Căn cứ vào hàm lượng bitmut, cân một lượng mẫu theo bảng 1 cho vào cốc dung tích 250 ml, rót vào 10 ml hỗn hợp axit, đậy mặt kính đồng hồ, không đun nóng, để mẫu tự tan. Sau khi mẫu tan, rửa mặt kính đồng hồ bằng 3 ml axit clohydric, cho vào 5 ml axit pecloric rồi đun nóng đến bốc hơi axit pecloric. Lấy cốc xuống để nguội, rót thêm 5 ml hỗn hợp axit, và đợi cho bốc hơi dung dịch một lần nữa. Lặp lại quá trình này cho đến khi dung dịch muối trong suốt, chứng tỏ thiếc đã được tách ra hoàn toàn.

Để nguội dung dịch, rửa xung quanh thành cốc bằng nước

cất và chuyển dung dịch vào bình định mức dung tích 50 ml, thêm 20 ml dung dịch thiourê, thêm nước cất đến vạch, lắc đều. Đo mật độ quang của dung dịch ở bước sóng 440 nm. Dung dịch so sánh cũng tiến hành như trên. Song không có dung dịch bitmut chuẩn. Lượng bitmut được tính suy ra từ đồ thị chuẩn.

1.3.2. Dựng đồ thị chuẩn

Lấy 8 cốc dung tích 50 ml cho vào 7 cốc : 0,4; 1,0 ; 2,0; 3,0 ; 4,0 ; 5,0 và 6,0 ml dung dịch bitmut chuẩn, tương đương 0,04; 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5 và 0,6 mg bitmut. Cho tiếp vào tất cả 8 cốc mỗi cốc 5 ml axit clohydric và đun nóng đến khi bốc hơi của axit clohydric. Để nguội dung dịch sau chuyển vào bình định mức dung tích 50 ml thêm vào 20 ml dung dịch thiourê, lại thêm nước đến vạch lắc đều và đo mật độ quang của dung dịch theo điều 1.3.1. Các trị số mật độ quang đo được tương ứng với hàm lượng bitmut đã lấy để phân tích. Trên cơ sở các thông số đó vẽ đồ thị chuẩn

1.5. Tính kết quả

1.5.1. Hàm lượng bitmut (X) tính bằng phần trăm theo công thức :

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

Trong đó :

m_1 - Khối lượng bitmut tìm được theo đồ thị chuẩn, g;

m - Khối lượng mẫu cân để phân tích, g;

1.5.2. Sai lệch cho phép giữa các kết quả phân tích song song không được vượt quá những trị số quy định trong bảng 2.

Bảng 2

%

Hàm lượng bitmut				Sai lệch cho phép (tuyệt đối)
	Từ 0,002	đến	0,005	0,001
Lớn hơn	0,005	"	0,010	0,002
"	0,010	"	0,020	0,003
"	0,020	"	0,050	0,005
"	0,050	"	0,080	0,008
"	0,080	"	0,100	0,010

2. Phương pháp hấp thụ nguyên tử

2.1. Bản chất phương pháp

Phương pháp dựa trên cơ sở mẫu được hoà tan trong hỗn hợp axit fluohydric, axit nitric với nước, sau đó đo mức độ hấp thụ của bitmut trong ngọn lửa axêtylen với không khí ở bước sóng 223,1 nm .

2.2. Thiết bị, hoá chất và dung dịch

Phổ kế hấp thụ nguyên tử và cácdụng cụ kèm theo;

Bộ nguồn bức xạ cho bitmut;

Cốc chất dẻo fluohoá dung tích 50 ml hoặc là bát bạch kim dung tích 50 ml;

Axit nitric ỉ 1,40 và dung dịch 1 + 1 ;

Axit fluohydric nồng độ 40 %;

Hỗn hợp axit để hoà tan mẫu gồm axit fluohydric, axit nitric và nước theo tỷ lệ 2 + 3 + 5. Hỗn hợp này đượcchứa trong bình pôlyêtylen.

Thiếc bột ;

Bitmut kim loại.

Dung dịch bitmut chuẩn: 0,1000g bitmut hoà tan trong 30ml dung dịch axit nitric, đun sôi để loại oxyt nitơ. Dung dịch để nguội và chuyển vào bình định mức dung tích 1000ml đã có chứa 100 ml dung dịch axit nitric, thêm nước đến vạch lắc đều.

1 ml dung dịch này chứa 0,1 mg bitmut ;

2.3. Tiến hành phân tích

2.3.1. Cân 1 g mẫu, cho vào cốc chất dẻo (hoặc bát bạch kim). Thêm 10 ml hỗn hợp axit, cho từng lượng nhỏ và phản ứng này rất mãnh liệt. Sau khi mẫu đã tan hoàn toàn, đun nóng nhẹ cốc trong bếp cách thuỷ 1 - 2 phút, (không đun sôi), để nguội rồi chuyển dung dịch vào trong bình định mức dung tích 30 ml, thêm nước đến vạch, lắc đều, đo mức độ hấp thụ nguyên tử của bitmut trong ngọn lửa axêtylen với không khí ở bước sóng 233,1 nm, đo song song với dung dịch chuẩn, dựng đồ thị chuẩn và dung dịch kiểm tra. Hàm lượng bitmut trong dung dịch được tính suy ra từ đồ thị chuẩn.

2.3.2. Dựng đồ thị chuẩn. Cho vào 7 cốc nhựa hoặc 7 bát bạch kim mỗi cốc 1 g thiếc kim loại 10 ml hỗn hợp axit và sau đó tiến hành phân tích theo điều 2.3.1. Dung dịch để nguội và chuyển vào bình định mức 50 ml, cho vào 6 trong số 7 bình : 1; 2; 4; 6; 8; và 10 ml dung dịch bitmut chuẩn tương đương : 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; và 1,0mg bitmut, thêm nước vào tất cả các bình cho đến 50 ml, lắc đều. Tiến hành đo mức độ hấp thụ nguyên tử của bitmut theo điều 2.3.1. Các trị số đo được ứng với hàm lượng đã lấy để phân tích. Trên cơ sở các thông số đó vẽ đồ thị

chuẩn.

2.4. Tính kết quả

2.4.1. Hàm lượng bitmut (X) tính bằng phần trăm theo công thức :

$$X = \frac{(C_1 - C_2) \cdot V \cdot 100}{m}$$

trong đó :

C_1 - Hàm lượng bitmut trong dung dịch mẫu thử tính suy ra từ đồ thị chuẩn, g/ml

C_2 - Hàm lượng bitmut trong dung dịch kiểm tra cũng tính suy ra từ đồ thị chuẩn, g/ml (nếu có);

V - thể tích dung dịch mẫu thử lấy để phân tích, ml;

m - Khối lượng mẫu cân tính tương ứng với số ml dung dịch phân tích , g ;

2.4.2. Sai lệch cho phép giữa các kết quả phân tích song song không được vượt quá các chỉ số quy định trong bảng 2.