

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

Nhóm B

THiếc		! TCVN !
Phương pháp xác định hàm lượng chì		! 2180-87!
Олово.	Tin	!-----!
Метод определения	Methods for the	! Có hiệu !
содержания свинца.	Determination of	! lực từ !
	lead content	! 01/7/1988!
		!-----!

Tiêu chuẩn này ban hành thay thế cho TCVN 2180-77.

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp cực phổ và phương pháp hấp thụ nguyên tử để xác định hàm lượng chì từ 0,005 đến 3,10 % trong thiếc.

Khi tiến hành phân tích phải tuân theo những yêu cầu chung trong TCVN 2172 -67.

1. Phương pháp cực phổ

1.1. Bản chất phương pháp.

Phương pháp này dựa trên cơ sở mẫu được hoà tan trong hỗn hợp axit clohydric, axit bromhydric và brom, tách thiếc dưới dạng bromua xác định chì bằng phương pháp cực phổ trong môi trường axit clohydric ở khoảng điện thế từ âm 0,25 đến âm 0,65 vôn, tương ứng với điện cực Calomen bão hòa.

1.2. Thiết bị, hoá chất và dung dịch.

Máy phân tích cực phổ và các dụng cụ cần thiết kèm theo.

Axit clohydric d 1,19 và dung dịch (1 + 3);

Axit bromhydric d 1,49;

Brom;

Hỗn hợp dung dịch axit để hoà tan (pha dùng ngay) 45 ml axit clohydric, 45 ml axit bromhydric và 10 ml brom.

Axit nitric d 1,40 và dung dịch (1 + 4);
 Natri clorua ;
 Sắt kim loại ;
 Giêlatin dung dịch 1 % (pha dùng ngay) ;
 Khí nitơ hoặc khí argôn với hàm lượng oxy không quá
 0,0005 % ;
 Chì kim loại .

Dung dịch chỉ chuẩn : cân 0,500 g chì cho vào cốc dung tích 250 ml, hoà tan nóng trong 20 ml dung dịch axit nitric. Dung dịch được đun cho bốc hơi đến khi còn sền sệt, thêm tiếp 15 ml axit clohydric mỗi lần rót 5 ml axit clohydric. Cho vào phần muối khô còn lại đó 2 g natri clorua và cho tiếp vào 100 ml dung dịch axit clohydric, sau đó đun nóng đến khi các muối tan hoàn toàn. Để nguội, chuyển toàn bộ dung dịch vào bình định mức dung tích 500 ml, thêm dung dịch axit clohydric đến vạch, lắc đều. Như vậy 1 ml dung dịch này có chứa 1,0 mg chì .

1.3. Tiến hành phân tích

Bảng

Hàm lượng chỉ , %	Lượng mẫu cân, g	Dung tích bình định mức, ml
Từ 0,005 đến 0,01	1	25
Lớn hơn 0,01 đến 0,10	0,5	25
" 0,10 " 0,50	0,5	100
" 0,50 " 3,10	0,2	100

1.3.1. Căn cứ hàm lượng chỉ dự kiến cần một lượng mẫu theo bảng 1, cho vào cốc dung tích 100 ml, hoà tan bằng

15 ml hỗn hợp dung dịch axit, dặt mặt kính đồng hồ, để nguyên không đun nóng đến khi tan hết lượng mẫu cần. Sau đó rửa mặt kính đồng hồ bằng 3 ml axit clohydric. Dung dịch được đun bốc hơi đến khô, để nguội. Lại thêm vào cốc 10 ml hỗn hợp dung dịch axit để hoà tan và lại đun bốc hơi đến khô. Lặp lại quá trình phân huỷ trên từ 4 đến 6 lần để đảm bảo tách hoàn toàn thiếc.

Sử dụng mỗi lần 5 ml hỗn hợp dung dịch axit hoà tan 5 ml axit nitric và đun bốc hơi đến khô. Cho vào phần muối khô đó 5 ml axit clohydric, lại bốc hơi đến khô. Lặp lại quá trình bốc hơi này 3 lần. Tiếp theo rót vào 20 ml dung dịch axit clohydric và đun đến sôi. Dung dịch để nguội và chuyển vào bình định mức theo chỉ dẫn trong bảng 1. Thêm dung dịch axit clohydric đến vạch, lắc đều.

Lấy ra 15 ml dung dịch cho vào ống nghiệm hoặc ống đong hình trụ dung tích 15 - 20 ml, thêm 0,2 - 0,3 g bột sắt lắc đều và để yên 40 - 45 phút, sau đó cho vào 0,5 ml dung dịch giêlatin và lắc đều. Sau 10 phút lọc dung dịch qua bông, dung dịch lọc cho vào cốc điện phân để đo cực phổ tương ứng với điện cực calomen bão hoà.

Từ trị số chiều cao sóng cực phổ của dung dịch mẫu thử tính ra chiều cao sóng của dung dịch kiểm tra.

Đồng thời cũng tiến hành đo cực phổ của loạt dung dịch mẫu có chứa chỉ .

1.3.2. Pha loạt dung dịch này như sau .

Cho vào 9 trong 10 bình định mức một thể tích chính xác 0,2 ; 0,3 ; 0,4 ; 0,5 ; 1 ; 2 ; 3 ; 4 ; 5 và 6 ml dung dịch: chỉ chuẩn. Như vậy tương đương với 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 1; 2, 0;

3,0 ; 4,0 ; 5,0 ; 6,0 mg chỉ, thêm dung dịch axit clohydric đến vạch và tiến hành phân tích theo điều 1.3.1.

1.4. Tính kết quả .

Hàm lượng chỉ (X) tính bằng phần trăm theo công thức :

$$V = \frac{H \cdot V \cdot 100}{15 \cdot m \cdot k}$$

Trong đó :

H - chiều cao sóng cực phổ của lượng dung dịch mẫu đem đo sau khi đã trừ chiều cao sóng của mẫu kiểm tra, mm ;

V - thể tích dung dịch mẫu phân tích , ml ;

m - khối lượng mẫu cân, g ;

K - giá trị trung bình của các tỷ số giữa chiều cao sóng và phần trăm hàm lượng chỉ tương ứng trong loạt các dung dịch đã biết trước, mm . ml/g .

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

Bảng 2

Hàm lượng chỉ	Sai lệch cho phép (tuyệt đối)
Từ 0,005 đến 0,01	0,002
Lớn hơn 0,01 đến 0,025	0,004
" 0,025 " 0,050	0,008
" 0,050 " 0,10	0,015
" 0,10 " 0,25	0,030
" 0,25 " 0,50	0,050
" 0,50 " 1,00	0,080
" 1,00 " 3,10	0,150

2. Phương pháp hấp thụ nguyên tử

2.1. Bản chất phương pháp

Phương pháp này dựa trên cơ sở mẫu được hoà tan trong hỗn hợp axit flohydric, axit sunfuric với nước và sau đó đo độ hấp thụ nguyên tử của chì trong ngọn lửa axêtylen với không khí ở bước sóng là 283,3 nm.

2.2. Thiết bị, hoá chất và dung dịch

Phổ kế hấp thụ nguyên tử với tất cả các phụ kiện kèm theo.

Bộ nguồn để phát xạ chì.

Cốc bằng nhựa dẻo fluo hoá dung tích 50 ml hoặc bát bạch kim, dung tích không bé hơn 50 ml.

Bình pôliêtylen dung tích không bé hơn 50 ml.

Axit nitric d 1,40 và dung dịch (1 + 4)

Axit fluohydric nồng độ 40 %.

Hỗn hợp dung dịch axit hoà tan axit fluohydric, axit nitric và nước trộn với nhau theo tỷ lệ 2 + 3 + 5. Hỗn hợp này được giữ trong bình pôliêtylen.

Thiếc kim loại

Chì kim loại.

Dung dịch chì chuẩn.

Dung dịch A : 0,5 g chì hoà tan trong 30 ml dung dịch axit nitric, đun sôi để loại oxyt nito, để nguội và chuyển vào bình định mức dung tích 1000 ml thêm nước đến vạch và lắc đều .

1 ml dung dịch A có chứa 0,5 mg chì .

Dung dịch B : 20 ml dung dịch A chuyển vào bình định mức dung tích 100 ml, thêm nước đến vạch lắc đều.

1 ml dung dịch B có chứa 0,1 mg chỉ .

2.3. Tiến hành phân tích .

Lấy lượng mẫu cân theo bảng 3 cho vào trong cốc nhựa hoặc bát bạch kim và hoà tan bằng 10 ml hỗn hợp dung dịch axit hoà tan, cho từng lượng nhỏ một để tránh phản ứng mãnh liệt. Khi mẫu đã tan hoàn toàn cốc được đun nóng 1 - 2 phút không được đun sôi, để nguội, dung dịch chuyển vào bình định mức dung tích theo chỉ dẫn ở bảng 3. Thêm hỗn hợp hoà tan vào theo tỷ lệ cứ 50 ml thể tích dung dịch thì thêm vào 10ml hỗn hợp dung dịch axit, sau thêm nước đến vạch, lắc đều .

Bảng 3

Hàm lượng chỉ , %	Lượng mẫu cân , g	Dung tích bình định mức , ml
Từ 0,005 đến 0,01	1	50
Lớn hơn 0,01 đến 0,10	0,5	50
" 0,10 " 0,50	0,5	100
" 0,50 " 3,10	0,2	250

Đo độ hấp thụ nguyên tử chỉ trong ngọn lửa axetylen với không khí ở bước sóng 283,3 nm, song song với dung dịch xây dựng đồ thị chuẩn và mẫu kiểm tra. Hàm lượng chỉ trong dung dịch được tính suy ra từ đồ thị chuẩn .

2.4. Dụng cụ thị chuẩn : Dùng 13 cốc nhựa hoặc là bát bạch kim cho vào mỗi cốc một lượng mẫu cân thiếc nguyên chất tương ứng như bảng 3, hoà tan bằng 10 ml hỗn hợp dung dịch axit sau đó tiến hành tiếp như phần 2.3. Để nguội dung

định, sau chuyển vào bình định mức dung tích 100 ml. Cho vào 12 trong số 13 bình : 0,5; 1,0 ; 2,0 ; 3,0 ; 4,0; 5,0 6,0 ml dung dịch chuẩn B. tương đương với 0,05; 0,10; 0,20; 0,30; 0,40; 0,50; 0,60 mg chì và 2,0; 3,0; 4,0 ; 5,0 ; 6,0 ml dung dịch A và cũng tương đương với 1,0 ; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 mg chì. Thêm nước vào tất cả các bình cho đủ thể tích, lắc đều. Đo độ hấp thụ của nguyên tử chì theo điều 2.4. Giá trị số đo nhận được tương ứng với hàm lượng chì đã biết, trên cơ sở đó vẽ được đồ thị chuẩn (bình thứ 13 dùng làm dung dịch so sánh kiểm tra).

2.5. Tính kết quả

2.5.1. Hàm lượng chì (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 chì trong dung dịch mẫu thử suy ra từ đồ thị chuẩn, g/ml;

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

V - Thể tích dung dịch mẫu thử khi thí nghiệm, ml;

m - Khối lượng mẫu cân, g;

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