

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 5921 : 1995

ISO 3220 : 1975

**ĐỒNG VÀ HỢP KIM ĐỒNG –
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG ASEN –
PHƯƠNG PHÁP TRẮC QUANG**

Copper and copper alloys – Determination of arsenic – Photometric method

HÀ NỘI – 2008

Lời nói đầu

TCVN 5921 : 1995 hoàn toàn tương đương với ISO 3220 :1975.

TCVN 5921 : 1995 do Ban Kỹ thuật tiêu chuẩn TCVN/TC 26 *Đồng và hợp kim đồng* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học, Công nghệ và Môi trường (nay là Bộ Khoa học và Công nghệ) ban hành.

Tiêu chuẩn này được chuyển đổi năm 2008 từ Tiêu chuẩn Việt Nam cùng số hiệu thành Tiêu chuẩn Quốc gia theo quy định tại khoản 1 Điều 69 của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật và điểm a khoản 1 Điều 6 Nghị định số 127/2007/NĐ-CP ngày 1/8/2007 của Chính Phủ quy định chi tiết thi hành một số điều của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật.

Đồng và hợp kim đồng – Xác định hàm lượng arsen – Phương pháp trắc quang

Copper and copper alloys – Determination of arsenic – Photometric method

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp trắc quang để xác định hàm lượng arsen trong đồng và hợp kim đồng.

Phương pháp này áp dụng để xác định hàm lượng arsen là nguyên tố hợp kim hoặc tạp chất trong đồng và các loại hợp kim đồng.

2 Nguyên lý

Chiết arsen từ dung dịch chứa axit clohydric, axit bromhydric và axit pecloric bằng benzen. Sau đó giải chiết bằng nước, xác định trắc quang ở dạng xanh môlipđen.

Lượng photpho và silic trong giới hạn miligam không gây ảnh hưởng.

3 Hoá chất

Tất cả các hoá chất phải có độ tinh khiết phân tích. Dùng nước cất và nước đã khử ion.

3.1 Benzen.

3.2 Axit clohydric d 1,19 g/ml.

3.3 Axit bromhydric d 1,5 g/ml.

3.4 Axit pecloric d 1,67 g/ml.

3.5 Axit cloric.

3.6 Axit clohydric, 6 N.

Pha loãng 100 ml axit clohydric (d 1,19 g/ml) với 100 ml nước.

TCVN 5921 : 1995

3.7 Dung dịch axit sulfuric

Pha loãng 95 ml axit sulfuric (d 1,84 g/ml) với nước thành 2000 ml.

3.8 Dung dịch axit ascorbic

Hoà tan 2 g axit ascorbic vào 100 ml nước; chỉ dùng các dung dịch mới được chuẩn bị.

3.9 Hydro peoxit, dung dịch 30 % (m/m).

3.10 Pemanganat kali, dung dịch 0.1 N.

3.11 Dung dịch molybđat

Hoà tan 0,95 g amoni heptamolybđat, $[(\text{NH}_4)_6 \text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ trong 200 ml axit sulfuric (3.7), chỉ dùng dung dịch mới được chuẩn bị.

3.12 Dung dịch asen gốc

Hoà tan 132 mg oxit asen (As_2O_3) với 100 ml natri hydroxit (NaOH), 1 N vào một cốc polyetylen, cho thêm 12,5 ml axit clohydric (HCl), 1 N và dùng nước pha loãng đến vạch trong bình định mức 250 ml.

3.13 Dung dịch asen chuẩn

Cho 20 ml axit clohydric (3.6) vào 25 ml dung dịch asen gốc (3.12) trong bình định mức 500 ml và pha loãng bằng nước đến vạch (1 ml tương đương với 20 μg asen).

4 Thiết bị

4.1 Thiết bị phòng thí nghiệm loại thông thường.

4.2 Quang kế

5 Lấy mẫu

Lấy mẫu theo ISO/R 1811.

6 Cách tiến hành

Khối lượng phần mẫu thử đối với hàm lượng asen đến 0,02 % là 2,00 g.

Khối lượng phần mẫu thử đối với hàm lượng asen từ 0,02 % đến 0,8 % là 0,500 g.

Hoà tan phần mẫu thử trong một bình Erlenmeyer 100 ml với 20 ml axit clohydric (3.6) và cho vào theo từng lượng nhỏ một tổng lượng 10 ml dung dịch hydro peoxit. Làm nguội khi hoà tan. Kết thúc quá trình hoà tan bằng đun nóng từ từ.

Trong trường hợp hàm lượng asen nhỏ hơn 0,02 % (khối lượng phần mẫu thử: 2 g) thì bốc hơi dung dịch cho tới khi còn khoảng 3 ml; trong trường hợp hàm lượng asen từ 0,02 % đến 0,08 % (khối lượng phần mẫu thử: 0,5 g), thì bốc hơi dung dịch cho tới khi còn khoảng 5 ml.

Nếu hàm lượng asen từ 0,08 % đến 0,8 % (khối lượng mẫu thử: 0,5 g) thì chuyển dung dịch vào bình định mức 50 ml và pha loãng với nước đến vạch mức. Nếu hàm lượng asen từ 0,08 % đến 0,4 % thì lấy 10 ml; nếu hàm lượng asen từ 0,4 % đến 0,8 % thì lấy 5 ml và chuyển vào cốc 100 ml. Trong hai trường hợp sau, thêm 1 ml dung dịch hydro peoxit (3.9) hoặc 1 ml axit cloric (3.5) và bốc hơi cho tới khi còn khoảng 3 ml.

Sau khi làm nguội đến nhiệt độ phòng, cho dung dịch đã cô và 20 ml $\pm$ 2 ml axit clohydric (3.2) vào phễu chiết 100 ml đang chứa 5 ml axit bromhydric (3.3). Sau khi cho thêm 10 ml pecloric (3.4) chiết asen với 25 ml benzen (3.1) bằng cách lắc mạnh trong 1 phút. Sau khi tách các pha, lấy riêng pha nước và bỏ đi.

Rửa pha benzen bằng cách lắc kỹ trong 30 giây với 10 ml axit clohydric (3.2) và lại thải bỏ pha nước.

Giải chiết asen từ pha benzen bằng cách lắc kỹ với 25 ml nước trong 1 phút. Lấy pha nước chuyển vào bình định mức 100 ml, cho thêm 1 ml dung dịch kali pemanganat (3.4) và đun đến khoảng 60 °C (oxy hoá asen).

Sau khi làm nguội, cho thêm 10 ml dung dịch molybdat (3.11) và 10 ml dung dịch axit ascôbic (3.8), lắc kỹ sau mỗi lần cho thêm. Đun sôi và duy trì ở nhiệt độ này khoảng 2 phút $\pm$ 15 giây. Sau khi làm nguội đến khoảng 20 °C, pha loãng bằng nước đến vạch mức và lắc kỹ. Đo dung dịch nhận được có màu xanh (blue) bằng quang kế (4.2) tại bước sóng 840 nm (độ hấp thụ cực đại) bằng các cuvet 2 cm nếu lượng asen đến 150 μ g.

Nếu lượng asen từ 150 μ g đến 300 μ g thì dùng các cuvet 1 cm và đo ở cùng bước sóng trên. Nếu lượng asen vượt quá 30 μ g thì dung dịch có thể được đo tại bước sóng 578 nm (vạch thủy ngân) bằng các cuvet 1 cm. Sử dụng nước trong kênh so sánh. Màu của dung dịch bền trong vài giờ.

Xd mẫu trắng của tất cả các hoá chất được dùng trong cùng điều kiện như mẫu phân tích để hiệu chỉnh các kết quả đo.

Xây dựng đường chuẩn như sau:

Hoà tan 5,00 g đồng không chứa asen trong cốc 400 ml với 50 ml axit clohydric (3.6) đồng thời cho thêm tổng lượng 25 ml dung dịch hydro peoxit (3.9) như đã mô tả ở trên. Sau khi làm nguội cho dung dịch nhận được vào bình định mức 100 ml và pha loãng bằng nước đến vạch mức.

Dùng pipet lấy 5 ml dung dịch này vào sáu cốc 100 ml và cho lần lượt 0 ml, 2 ml, 4 ml, 8 ml, 15 ml và 20 ml dung dịch asen chuẩn (3.13) chứa tương ứng 0 μ g, 40 μ g, 80 μ g, 160 μ g, 300 μ g và 400 μ g asen. Cho thêm vào mỗi một cốc 1 ml dung dịch hydro peoxit (3.9) hoặc 1 ml axit cloric (3.5) và bốc hơi cho tới khi còn khoảng 3 ml.

Làm theo cách trên và đo cường độ màu theo ba điều kiện như sau:

- a) 840 nm, các cuvet 2 cm;
- b) 840 nm, các cuvet 1 cm;
- c) 578 nm, các cuvet 1 cm.

Mỗi đường chuẩn nhận được là một đường thẳng.

7 Cách tính kết quả

Đọc từ đường chuẩn tương ứng, giá trị arsen tính bằng microgam tương ứng với giá trị đã đo được và tính hàm lượng arsen theo phần trăm khối lượng như sau:

Đối với phần mẫu thử là 2 g: $As \% (m/m) = \frac{m}{2000}$

Đối với 10 ml của 0,5 g phần mẫu thử: $As \% (m/m) = \frac{m}{1000}$

Đối với 5 ml của 0,5 g phần mẫu thử: $As \% (m/m) = \frac{m}{500}$

trong đó

m là khối lượng arsen, tính bằng μg .

8 Biên bản thử nghiệm

Biên bản thử nghiệm bao gồm các nội dung sau:

- a) số hiệu và tên tiêu chuẩn này, các tiêu chuẩn tham khảo;
- b) kết quả và phương pháp tính được dùng;
- c) mọi đặc điểm bất thường được ghi nhận khi xác định;
- d) mọi thao tác không qui định hoặc được coi là tùy ý lựa chọn.