

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 5356 : 1991**

**GRAPHIT –  
PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CÔBAN**

*Graphite – Method for the determination of cobalt content*

**HÀ NỘI – 2008**



## Lời nói đầu

TCVN 5356 : 1991 do Trung tâm phân tích - Viện Năng lượng nguyên tử quốc gia biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng trình duyệt, Ủy ban khoa học Nhà nước (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.



## Graphit - Phương pháp xác định hàm lượng coban

*Graphite – Method for the determination of cobalt content*

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp trắc quang xác định hàm lượng coban áp dụng cho quặng graphit, tinh quặng và các sản phẩm từ graphit.

### 1 Nguyên tắc

Phương pháp dựa trên việc tạo thành phức màu đỏ của coban với muối nitrozô R và đo quang dung dịch màu.

### 2 Quy định chung

Theo TCVN 5348 : 1991.

### 3 Dụng cụ, hóa chất và dung dịch

#### 3.1 Để tiến hành phân tích sử dụng

Máy trắc quang;

Axit sunfuric; dung dịch 1 : 1;

Axit nitric, dung dịch 1 : 1;

Dung dịch amoniac;

Muối nitrozô, R (1 – nitrozô 2 naphthol – 3,6 disunfonat dinatri) nồng độ dung dịch 1 g/l;

Natri axetat, dung dịch 500 g: L;

Các dung dịch chuẩn coban;

## TCVN 5356 : 1991

Dung dịch A chuẩn bị như sau: hòa tan 4,037 g tinh thể coban clorua trong nước vào bình định mức dung tích 1000 ml, thêm nước tới vạch, lắc đều. 1 ml dung dịch A chứa 1 mg coban.

Dung dịch B chuẩn bị như sau: dùng pipet lấy 10 ml dung dịch A cho vào bình định mức dung tích 1000 ml, thêm nước đến vạch mức lắc đều. 1 ml dung dịch B chứa 0,01 mg coban.

### 4 Cách tiến hành

**4.1** Từ dung dịch đầu thu được khi xác định hàm lượng đồng theo TCVN 5355 : 1991. Lấy 50 ml dung dịch cho vào cốc dung tích 100 ml, thêm 10 ml dung dịch axit sunfuric 1 : 1 và cô dung dịch đến khi xuất hiện hơi của axit sunfuric. Làm nguội dung dịch, thêm 10 ml đến 15 ml nước, đun nóng đến hòa tan muối và trung hòa bằng amoniac đến khi xuất hiện vẩn đục, hòa tan lại kết tủa bằng từng giọt dung dịch axit sunfuric 1 : 1. Thêm vào dung dịch 5 ml dung dịch natri axetat và đun sôi dung dịch để keo tụ hoàn toàn kết tủa sắt hidroxit. Sau đó thêm 10 ml dung dịch muối nitrôzô R đun sôi rồi thêm 5 ml dung dịch axit nitric 1 : 1 và đun đến hòa tan kết tủa, làm nguội dung dịch, chuyển vào bình định mức dung tích 50 ml thêm nước đến vạch mức và đo mật độ quang của dung dịch trên máy so màu với kính lọc 500 nm đến 600 nm và cuvet có chiều dày lớp hấp thụ ánh sáng 50 mm.

Dung dịch so sánh được chuẩn bị như trên nhưng không có dung dịch gốc.

Từ giá trị mật độ quang của dung dịch phân tích xác định hàm lượng coban theo đồ thị chuẩn.

**4.2** Để xây dựng đồ thị chuẩn dùng pipet cho vào các cốc dung tích 100 ml lần lượt là 0,4 ml; 0,8 ml; 1,2 ml; 1,6 ml; 2,0 ml; 2,4 ml và 2,8 ml dung dịch chuẩn tương ứng với 0,004 mg; 0,008 mg; 0,012 mg; 0,016 mg; 0,02 mg; 0,024 mg; 0,028 mg coban. Thêm vào từng cốc 20 ml nước, 5 ml dung dịch natri axetat và đun sôi 1 phút đến 2 phút. Sau đó thêm 10 ml muối nitrôzô-R, đun đến sôi, thêm 5 ml dung dịch axit nitric 1 : 1 và đun sôi 1 phút đến 2 phút. Sau đó thêm 10 ml muối nitrôzô-R, đun đến sôi, thêm 5 ml dung dịch axit nitric 1 : 1 và đun sôi 1 phút đến 2 phút. Làm nguội dung dịch rồi chuyển vào bình định mức dung tích 50 ml, thêm nước đến vạch mức và trắc quang như đã chỉ dẫn ở 4.1.

Để xây dựng đồ thị chuẩn lấy giá trị trung bình kết quả ba phép đo mật độ quang của mỗi dung dịch.

Từ các giá trị trung bình mật độ quang đo được của các dung dịch và hàm lượng coban đã biết, dựng đồ thị chuẩn.

## 5 Tính kết quả

5.1 Hàm lượng coban (X) được tính bằng phần trăm, theo công thức:

$$X = \frac{m_1 \times V \times 100}{V_1 \times m \times 100}$$

trong đó

$m_1$  là lượng coban tìm thấy theo đồ thị chuẩn, tính bằng miligam;

V là thể tích dung dịch ban đầu, tính bằng mililit;

$V_1$  là phần thể tích dung dịch lấy để phân tích, tính bằng mililit;

m là lượng mẫu graphit, tính bằng gam.

5.2 Sai lệch cho phép giữa các kết quả của hai phép xác định song song không lớn hơn 0,0001 % khi hàm lượng coban dưới 0,005 % và 0,0002 % khi hàm lượng coban trên 0,005 %.

Nếu sai số giữa kết quả của hai phép xác định song song vượt quá giá trị trên, phải xác định lại.

Kết quả cuối cùng của phép thử là trung bình cộng các kết quả của hai phép xác định song song cuối cùng.