

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 5355 : 1991

GRAPHIT –

PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG ĐỒNG

Graphite – Method for the determination of copper content

HÀ NỘI - 2008

Lời nói đầu

TCVN 5355 : 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 đồng

Graphite – Method for the determination of copper content

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

1 Nguyên tắc

Phương pháp dựa trên việc tạo phức màu vàng của đồng với chì dietylditiocacamat, chiết phức này bằng clorofom và đo mật độ quang của dung dịch phức màu.

2 Quy định chung

Theo TCVN 5348 : 1991.

3 Dụng cụ, hóa chất và dung dịch

3.1 Để tiến hành phân tích dùng:

Máy trắc quang;

Axit nitric, dung dịch 1 : 1;

Amoni hidroxit;

Clorofoom (triclo metan);

Chì axetat dung dịch 1 g/l;

Natri N, N – dietyldithiocacamat, dung dịch 1 g/l, chì dietyldithiocacamat, dung dịch trong clorofoom chuẩn bị như sau: cho 50 ml dung dịch natri dietyldithiocacamat mới điều chế vào 100 ml dung dịch chì axetat. Lọc dung dịch qua giấy lọc băng đỏ, bỏ phần nước lọc. Hòa tan kết

TCVN 5355 : 1991

tủa trong 250 ml clorofoom, nếu dung dịch đục thì lọc qua giấy lọc băng đỡ khô, bỏ đi phần dịch lọc ban đầu. Chuyển dung dịch vào bình định mức dung tích 500 ml, clorofooc đến vạch mức và lắc đều.

Dung dịch đồng chuẩn:

Dung dịch A chuẩn bị như sau: hòa tan 0,3928 g đồng sunfat vào nước, chuyển dung dịch nhận được vào bình định mức dung tích 1000 ml, thêm nước đến vạch mức và lắc.

1 ml dung dịch A chứa 0,1 mg đồng.

Dung dịch B chuẩn bị như sau: dung pipet lấy 25 ml dung dịch A cho vào bình định mức dung tích 500 ml, thêm nước đến vạch mức lắc đều.

1 ml dung dịch B chứa 0,005 mg đồng.

4 Cách tiến hành

4.1 Cân 25 gam mẫu graphit vào cốc dung tích 300 ml đến 400 ml, thêm 100 ml dung dịch axit nitric 1 : 1 và đun 10 phút để loại hoàn toàn nitơ oxit. Lọc dung dịch vào bình định mức dung tích 250 ml. Rửa kết tủa 5 đến 6 lần bằng nước nóng và bỏ cạn. Thêm nước đến vạch mức và lắc kỹ (dung dịch gốc).

Lấy 10 ml dung dịch từ dung dịch gốc cho vào phễu chiết dung tích 100 ml, thêm 10 ml nước amoni hidroxit đến pH 3 đến 5 theo giấy chỉ thị vạn năng, 5 ml dung dịch clorofoom chứa chì dietyldithiocacamat, đậy phễu chiết và lắc trong khoảng 1 phút đến 2 phút. Để yên dung dịch 5 phút, sau đó cho lớp chiết ở dưới vào bình định mức dung tích 50 ml.

Lặp lại quá trình chiết. Thu các phần đã chiết lại, thêm clorofoom đến vạch mức và lắc. Nếu dung dịch đục thì phải lọc dung dịch qua giấy lọc băng đỡ khô, bỏ đi phần dịch lọc ban đầu.

Đo mật độ quang dung dịch trên máy so màu với kính lọc $\lambda = 400 \text{ nm} - 500 \text{ nm}$ và cuvet 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 đồng trên đồ thị chuẩn.

4.2 Lập đồ thị chuẩn như sau: dùng pipet cho vào các phễu chiết dung tích 100 ml những lượng 1 ml; 2 ml; 4 ml; 6 ml; 8 ml; 10 ml và 12 ml dung dịch B tương ứng với 0,005 mg; 0,01 mg; 0,02 mg; 0,03 mg; 0,04 mg; 0,05 mg; 0,06 mg đồng.

Cho vào mỗi phễu chiết khoảng 10 ml đến 15 ml nước và từng giọt amonihidroxit đến pH 3 đến 5 pH theo giấy chỉ thị, 5 ml dung dịch clorofoom chứa chì dietyldithiocacbammat và làm tiếp theo như đã chỉ dẫn ở 4.1.

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

Theo giá trị trung bình mật độ quang đo được và hàm lượng đồng đã biết, lập đồ thị chuẩn.

5 Tính kết quả

5.1 Hàm lượng đồng (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 đồng tìm thấy trên đồ thị chuẩn, tính bằng miligam;

V_1 là thể tích toàn bộ dung dịch phân tích, tính bằng mililít;

V là thể tích phần dung dịch lấy để phân tích, tính bằng mililít;

m là lượng mẫu graphit, tính bằng gam.

5.2 Sai lệch cho phép giữa hai lần xác định song song không được lớn hơn giá trị cho trong Bảng sau.

%

Hàm lượng đồng	Sai lệch cho phép
Đến 0,05	0,0004
Lớn hơn 0,005 đến 0,01	0,0015
Trên 0,01	0,005

Nếu sai số giữa hai lần xác định song song vượt quá giá trị cho 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.