

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 5357 : 1991**

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

*Graphite – Method for the determination of nikel content*

**HÀ NỘI – 2008**



## Lời nói đầu

TCVN 5357 : 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 niken

*Graphite – Method for the determination of nikel content*

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

### 1 Nguyên tắc

Hàm lượng niken của mẫu được xác định dựa trên việc tạo phức mẫu của niken với dimetylglyoxim trong môi trường kiềm mạnh và đo màu dung dịch.

### 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 clohydric, dung dịch 1 : 20;

Amoni hydroxit;

Natri xitrat, dung dịch 100 g/l;

Dimetylglyoxim dung dịch 1 % trong rượu;

Clorofom (triclometal);

## **TCVN 5357 : 1991**

Rượu etylic;

Amoni pensunfat;

Niken clorua;

Dung dịch niken chuẩn;

Dung dịch A chuẩn bị như sau: hòa tan trong nước 0,0494 g niken clorua, chuyển dung dịch vào bình định mức dung tích 1000 ml, thêm nước đến vạch mức và lắc. 1 ml dung dịch A chứa 1 mg niken.

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 và lắc 1 ml dung dịch B chứa 0,01 mg niken.

### **4 Cách tiến hành**

**4.1** Lấy 25 ml dung dịch từ dung dịch gốc khi xác định hàm lượng đồng vào phễu chiết dung tích 100 ml. Thêm vào 10 ml dung dịch natri xitrat, dung dịch amoniac đến pH = 9 sau đó là 3 ml dung dịch dimetylglyoxim lắc 1 phút và để yên 5 phút. Sau đó cho vào dung dịch 5 ml clorofoom và lắc tiếp 5 phút đến 6 phút. Sau khi phân lớp, lấy phần hữu cơ ở phía dưới vào một phễu chiết khác. Chiết lại phần nước một lần nữa và thu tiếp phần hữu cơ vào phễu chiết trên. Bỏ phần nước đi. Thêm vào phễu chiết có phần hữu cơ trên 5 ml dung dịch axit clohydric 1 : 20. Sau khi phân lớp vớt bỏ phần lớp dưới đi. Thêm tiếp vào phần dung dịch còn lại 5 ml dung dịch amoniac, 3 ml dung dịch dimetylglyoxim và 10 ml dung dịch amoni pensunfat. Chuyển dung dịch vào bình định mức dung tích 50 ml, định mức đến vạch bằng nước, lắc và để yên 30 phút. Đo màu dung dịch trên máy trắc quang với kính lọc 560 nm đến 600 nm và cuvet có chiều dày lớp nắp thu ánh sáng 50 mm.

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

Dựa vào giá trị mật độ quang của dung dịch phân tích xác định hàm lượng niken theo đồ thị chuẩn.

**4.2** Để xây dựng đồ thị chuẩn dùng pipet lấy lần lượt vào các bình định mức dung tích 50 ml các lượng 0,5 ml; 1,0 ml; 1,5 ml; 2,0 ml; 2,5 ml; 3,0 ml; 3,5 ml 4,0 ml dung dịch B tương ứng với 0,005 mg; 0,01 mg; 0,015 mg; 0,02 mg; 0,025 mg; 0,03 mg; 0,035 mg và 0,04 mg niken. Thêm vào mỗi bình lần lượt 1 ml amoniac, 3 ml dung dịch dimetylglyoxim và 10 ml dung dịch amoni pensunfat định mức đến vạch bằng nước và đo màu đã chỉ dẫn ở 4.1.

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

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

## **5 Tính kết quả**

**5.1** Hàm lượng niken (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 niken tìm thấy theo đồ thị chuẩn, tính bằng miligam;

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

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

$m$  là lượng cân 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 niken nhỏ hơn 0,005 % và 0,0002 % khi hàm lượng niken lớn hơn 0,005 %.

Nếu sai số 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.