

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 5358 : 1991

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

Graphite – Method for the determination of lead content

HÀ NỘI – 2008

Lời nói đầu

TCVN 5358 : 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 chì

Graphite – Method for the determination of lead content

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

1 Nguyên tắc

Phương pháp dựa trên việc tạo phức mẫu của chì với dithizon và đo màu dung dịch màu đỏ.

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 nitric, dung dịch 1 : 1;

Axit sunfuric;

Clorofoom;

Amoni hydroxit;

Muối dinatri ethylendiamin – N, N, N', N' tetra axit axetic (trilon B), dung dịch amoniac 1 %;

TCVN 5358 : 1991

Dithizon (diphenylthiocacbazon), dung dịch 0,04 % trong clorofoom (bảo quản trong dụng cụ thủy tinh màu sẫm) và các dung dịch 0,01 % và 0,002 % được chuẩn bị bằng cách dùng clorofoom pha loãng dung dịch 0,04 %;

Canxi nitrat, dung dịch 500 g/l được làm sạch như sau: lấy 300 ml dung dịch cho vào phễu chiết dung tích 500 ml, thêm từng giọt amoniac đến pH 6 – 7 (theo giấy chỉ thị) thêm 10 ml dung dịch clorofoom dithizon 0,01 %. Lắc đều liên tục trong vài lần cho đến khi phần chiết cuối cùng của dithizon có màu xanh thẫm. Để tách lớp tiến hành chiết vài lần đến khi phần hữu cơ clorofoom có dithizon mất màu.

Strontsinirat, dung dịch 10 g/l, dung dịch được làm sạch bằng cách chiết như trên;

Natri axetat, dung dịch 20 g/l được làm sạch như trên;

Kali sunfat, dung dịch 50 g/l được làm sạch như trên;

Hdroxylaminclohidrat dung dịch 10 g/l, được làm sạch bằng dithizon như trên;

Chì kim loại không dưới 99,95 %;

Các dung dịch chuẩn;

Dung dịch A chuẩn bị như sau: hòa tan 0,1 g chì trong cốc dung tích 100 ml bằng 15 ml đến 20 ml axit nitric dung dịch 1 : 1. Chuyển dung dịch vào vào bình định mức dung tích 1000 ml, thêm nước đến vạch mức và lắc. 1 ml dung dịch A chứa 1 mg chì.

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 chì.

4 Cách tiến hành

4.1 Từ dung dịch ban đầu thu được khi xác định hàm lượng đồng theo TCVN 5355 : 1991. Lấy 25 ml cho vào chén sứ dung tích 100 ml cô đến khô trên bếp cách thủy. Thêm vào chén 1 ml axit sunfuric và đun đến bốc khói một lần nữa. Làm nguội phần chén thêm 10 ml dung dịch strontri nitrat và chỉnh đến pH 1 bằng axit sunfuric theo giấy chỉ thị vạn năng. Đun dung dịch đến sôi, thêm từ từ 10 ml dung dịch kali sunfat, đun sôi 2 phút đến 3 phút và để yên trong 2 giờ. Lọc kết tủa trên giấy lọc băng xanh, rửa bốn, năm lần bằng nước nóng có chứa 1 ml kali sunfat (khoảng 100 ml). Phần nước lọc và nước rửa bỏ đi.

Hòa tan kết tủa trên giấy lọc bằng dung dịch amoniic nóng chứa trilon B. Rửa giấy lọc hai đến ba lần bằng dung dịch amoniic nóng đó. Chuyển dung dịch vào phễu chiết dung tích 100 ml. Thêm 20 ml dung dịch canxi nitrat, 2 ml dung dịch natri axetat, 1 ml dung dịch hydroxylamin và thêm amoniic đến pH 8 – 9 theo giấy chỉ thị vạn năng. Sau đó thêm 2 ml dung dịch clorofooc

chứa dithizon 0,002 % và lắc trong 1 phút. Việc chiết lặp lại cho đến khi phần hữu cơ ở dưới có màu tím hay xanh đậm. Chuyển phần chiết vào bình định mức dung tích 50 ml, thêm clorofoom đến vạch và lắc đều. Nếu lúc đầu lớp hữu cơ đó có màu hung thì bỏ mẫu đó đi và làm lại mẫu mới. So màu dung dịch trên máy so màu với kính lọc khoảng 500 nm đến 600 nm và cuvet có chiều dày lớp hấp thụ ánh sáng 20 mm. Dung dịch so sánh là dung dịch của thí nghiệm kiểm tra nếu có màu hồng. Nếu nó có màu khác thì dùng clorofoom làm dung dịch so sánh.

4.2 Để xây dựng đồ thị chuẩn dùng pipet cho vào các phễu chiết dung tích 100 ml lần lượt 0,5 ml; 1,0 ml; 1,5 ml; 2,0 ml; 2,5 ml; 3 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 chì. Cho vào mỗi phễu chiết 25 ml nước, 5 ml dung dịch strontri nitrat, 10 ml dung dịch amoniac chứa trilon B, thêm 10 ml dung dịch canxi nitrat, 2 ml dung dịch natri axetat, 1 ml dung dịch hydroxylamin, điều chỉnh bằng amoniac đến pH 8 – 9, thêm 2 ml dung dịch dithizon 0,002 % và tiến hành phân tích như 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. Từ giá trị trung bình mật độ quang đo được và lượng chì đã biết, lập đồ thị chuẩn.

5 Tính kết quả

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

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

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

m là lượng cân mẫu, tính bằng gam.

5.2 Sai lệch cho phép giữa các kết quả của hai phép xác định song song không lớn hơn 0,0005 % khi hàm lượng chì dưới 0,001 % và 0,0006 % khi hàm lượng chì lớn hơn 0,001 %.

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.