

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

Nhóm B

THIỆC		TCVN
Phương pháp xác định hàm lượng antimon		2175-87
ОПОВО.	Tin	
Метод определения содержания сурьмы.	Method for the determination of antimony content	Có hiệu lực từ 01/7/1987

Tiêu chuẩn này ban hành thay thế TCVN 2175-77

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng antimon trong thiếc bằng :

- Phương pháp so màu với hàm lượng từ 0,003 đến 0,35%
- Phương pháp hấp thụ nguyên tử với hàm lượng từ 0,02 đến 0,35%.

Khi tiến hành phân tích phải tuân theo những yêu cầu chung trong TCVN 2172-87.

1. Phương pháp so màu

1.1. Bản chất phương pháp

Phương pháp này dựa trên cơ sở hoà tan mẫu bằng axit sunfuric, antimon được tạo phức với brilliant xanh trong lớp toluen, lớp này được chiết tách ra và đo mật độ quang trên máy so màu quang điện ở bước sóng 640 đến 670 nm, hoặc máy phổ kế ở bước sóng 656 nm.

1.2. Thiết bị, hoá chất và dung dịch

Máy phân tích phổ kế hoặc máy so màu quang điện với các phụ kiện kèm theo.

Axit Sunfuric d 1,84

Axit clohydric d 1,19 và dung dịch (3 + 1)

Natri nitric dung dịch 10 %

Thiocurê dung dịch bão hoà (50% hoà tan trong 50 ml nước nóng).

Brilian xanh dung dịch 0,1 % pha trong nước .

Thiếc hai clorua dung dịch 10% pha trong axit clohydric đặc (pha dùng ngay) .

Toluen .

Axêton .

Antimon kim loại .

Dung dịch antimon chuẩn A : Cân 0,100 g antimon hoà tan nóng trong 5 ml axit sunfuric . Khi đã tan hết, làm nguội dung dịch, thêm 20 ml dung dịch axit clohydric, lại làm nguội rồi chuyển vào bình định mức dung tích 1000 ml thêm dung dịch axit clohydric đến vạch, lắc đều .

1 ml dung dịch A này có 0,1 mg antimon

Dung dịch B : lấy 10 ml dung dịch tiêu chuẩn A cho vào bình định mức dung tích 100 ml, thêm dung dịch axit clohydric đến vạch lắc đều. Dung dịch B này chỉ pha trước khi sử dụng.

1 ml dung dịch B này có 0,01 mg antimon .

1.4. Tiến hành phân tích

1.4.1. Cân 0,3 g thiếc cho vào bình nón dung tích 100ml rót thêm vào 5 ml axit sunfuric, đun đến khi phân huỷ hoàn toàn mẫu và có lớp màng mỏng lưu huỳnh bám ở thành bình. Muối sunfat này để nguội, cho vào 20 ml dung dịch axit clohydric đun nóng nhẹ đến tan hết muối, để nguội, chuyển vào bình định mức dung tích 100 ml, thêm dung dịch axit clohydric đến vạch lắc đều. Tùy theo hàm lượng antimon có

trong mẫu, lấy ra một phần dung dịch để thí nghiệm theo chỉ dẫn ở bảng 1 cho vào cốc có dung tích 50 ml

Bảng 1

Hàm lượng antimon dự kiến, %	Thể tích dung dịch mẫu thử, ml
Đến 0,05	10
Lớn hơn 0,05 đến 0,12	5
" 0,12 " 0,35	2

Cho tiếp vào cốc dung dịch ấy : nếu như phần dung dịch lấy ra là 2 ml thì cho vào 3 ml dung dịch axit clohydric và từng giọt dung dịch thiếc haiolorua, vừa cho vừa lắc đều đến khi mất màu của dung dịch. Cho vào tiếp 1 ml dung dịch thiouré lắc đều trong 15 giây sau chuyển toàn bộ dung dịch vào phễu chiết dung tích 150 ml, thêm nước đến 100 ml (nếu như lượng dung dịch mẫu ban đầu là 10 ml) hoặc đến 50 ml (nếu như lượng dung dịch mẫu lấy ban đầu là 5ml hay 20 ml). Thêm vào phễu chiết 1 ml brilliant xanh, 10 ml toluen, lắc mạnh trong 5 phút, tách lớp hữu cơ ra và để 1 phút, sau đó chuyển vào bình định mức dung tích 25 ml khô. Thêm vào 1 ml axêton vào phần nước chiết ra lần đầu, chiết lại một lần nữa bằng 1 ml brilliant xanh và 5 ml toluen. Hợp nhất 2 lần chiết lại và thêm toluen đến vạch, và lắc đều sau 10 phút đo mật độ quang của dung dịch hữu cơ này trên máy phổ kế ở bước sóng 656nm hoặc máy so màu quang điện ở bước sóng 640-670 nm. Dung dịch so sánh là hỗn hợp của 2 dung dịch của toluen và axêton với tỷ lệ 3 + 2.

Tỷ số số đo mật độ quang của mẫu chuẩn với số đo mật độ quang của mẫu kiểm tra phân tích qua đồ thị chuẩn sẽ tính được hàm lượng antimon trong dung dịch của mẫu phân tích .

1.4.2. Dụng đồ thị chuẩn

Lấy 9 cốc dung tích 100 ml lần lượt cho vào mỗi cốc 0,15; 0,25; 0,50; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 và 4 ml dung dịch B tương đương với 0,0015; 0,0025; 0,005; 0,010; 0,015; 0,020, 0,025 và 0,040 mg antimon. Lần lượt cho vào mỗi cốc 5 ml dung dịch axit clohydric, từng giọt thiếc hai clorua, vừa cho vừa lắc cho tới khi mất màu dung dịch. Tiếp tục tiến hành theo điều 1.4.1. kết quả sẽ có các trị số đo mật độ quang ứng với các hàm lượng antimon đã lấy thí nghiệm. Qua các thông số trên sẽ vẽ đồ thị chuẩn .

1.5. Tính kết quả

1.5.1. Hàm lượng antimon (X) tính bằng phần trăm theo công thức :

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m}$$

Trong đó :

- m_1 - khối lượng antimon trong dung dịch mẫu lấy thí nghiệm tìm được qua đồ thị chuẩn, g;
- m - Khối lượng mẫu cân tương ứng với phần dung dịch lấy ra để thí nghiệm, g ;

1.5.2. Sai lệch cho phép giữa các kết quả phân tích song song, không được vượt quá các trị số quy định trong bảng 2 .

Bảng 2

Hàm lượng antimon	%	Sai số cho phép (tuyệt đối)
Đến 0,005		0,002
Lớn hơn 0,005 đến 0,010		0,003
" 0,010 " 0,015		0,004
" 0,015 " 0,030		0,006
" 0,030 " 0,050		0,010
" 0,050 " 0,150		0,020
" 0,150 " 0,200		0,030
" 0,200 " 0,350		0,040

2. Phương pháp hấp thụ nguyên tử

2.1. Bản chất phương pháp

Phương pháp này dựa trên cơ sở mẫu được hoà tan trong hỗn hợp axit fluohydric, axit nitric và nước, sau đó mức độ hấp thụ nguyên tử của antimon trong ngọn lửa axêtylen với không khí ở bước sóng 231,1 nm.

2.2. Thiết bị và dụng cụ

Máy quang phổ hấp thụ nguyên tử và tất cả các dụng cụ kèm theo.

Bộ nguồn bức xạ nguyên tử antimon.

Cốc nhựa fluohoa hoặc là bát bạch kim dung tích lớn hơn 50 ml.

Bình nón pôliêtylen dung tích 50 ml.

Hoá chất và các dung dịch:

Axit nitric d 1,40

Axit sunfuric d 1,84

Axit fluohydric đậm đặc 40 %.

Axit clohydric d1,19 và dung dịch 3 + 1 .

Hỗn hợp axit để hoà tan : axit fluohydric, axit nitric trộn với nước theo tỷ lệ 2 + 3 + 5. Hỗn hợp này đựng trong bình pôliêtylen .

Thiếc kim loại,

Antimon kim loại.

Dung dịch antimon chuẩn :

Cân 0,100 g antimon hoà tan nóng trong 10 ml axit sunfuric, để nguội, thêm 20 ml dung dịch axit clohydric, lại để nguội và chuyển vào bình định mức dung tích 1000 ml thêm dung dịch axit clohydric đến vạch, lắc đều .

1 ml dung dịch chuẩn này chứa 0,1 mg antimon

2.4. Tiến hành phân tích

Bảng 3

Hàm lượng antimon, %	Lượng mẫu cân, g
Từ 0,02 đến 0,1	1
Lớn hơn 0,1 đến 0,35	0,5

Cân một lượng mẫu cân theo chỉ dẫn ở bảng 3 cho vào cốc nhựa, hoà tan bằng 10 ml hỗn hợp axit, cho từ từ từng lượng nhỏ một, tránh phản ứng xảy ra mãnh liệt. Kết thúc phản ứng cốc được đun nóng 1 - 2 phút (trong bếp cách thuỷ không đun sôi), sau để nguội, dung dịch được chuyển vào bình định mức dung tích 50 ml, thêm nước đến vạch lắc đều .

Đo mức độ hấp thụ nguyên tử của antimon trong ngọn lửa axêtilen với không khí ở bước sóng 231,1 nm song song với các dung dịch để xây dựng đồ thị chuẩn và mẫu kiểm tra.

2.4.2. Dụng đồ thị chuẩn. Cho vào 8 cốc nhựa fluo hoá (noạc bát bạch kim) 1 g hoặc 0,5 g thiếc tương ứng với lượng mẫu cân thí nghiệm, hoà tan bằng 10 ml hỗn hợp axit và tiến hành phân tích theo điều 2.4.1. Dung dịch để nguội sau đó được chuyển vào 8 bình định mức dung tích 50 ml. Lần lượt cho vào 7 cốc 2,0 ; 4,0 ; 6,0 ; 8,0 ; 10,0 ; 15,0 và 20 ml dung dịch antimon chuẩn tương đương 0,2 ; 0,4 ; 0,6 ; 0,8 ; 1,0 ; 1,5 ; và 2 mg antimon. Rót vào 7 cốc này mỗi cốc 20 ml hỗn hợp hoà tan, thêm nước đến vạch, lắc đều. Đo mức độ hấp thụ nguyên tử của antimon theo điều 2.4.1. Một loạt các trị số số đo nhận được sẽ tương ứng với các hàm lượng antimon đã lấy để phân tích. Trên cơ sở các thông số này sẽ vẽ đồ thị chuẩn của antimon.

2.5. Tính kết quả.

2.5.1. Hàm lượng antimon (X) tính bằng phần trăm theo công thức :

$$X = \frac{(C_1 - C_2) \cdot V}{m} \times 100$$

Trong đó :

- C_1 - Hàm lượng antimon trong dung dịch mẫu thí nghiệm tìm được qua đồ thị chuẩn, g/ml
- C_2 - Hàm lượng antimon trong mẫu kiểm tra, so sánh cũng tìm được qua đồ thị chuẩn g/ml (nếu có).
- V - Thể tích dung dịch lấy ra để phân tích, ml.
- m - Khối lượng mẫu cân lấy ra để phân tích, g.

2.5.2. Sai lệch cho phép giữa các kết quả phân tích song song không được vượt quá các trị số quy định trong bảng 2.