

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

Nhóm B

THiếc	Tin	TCVN
Phương pháp xác định hàm lượng đồng	Tin	2177-87
Олово. Метод определения содержания меди.	Method for the deter- mination of copper content .	Có hiệu lực từ 01/7/1988

Tiêu chuẩn này ban hành thay thế TCVN 2177-77

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp so màu để xác định hàm lượng đồng từ 0,002 đến 0,12 % và phương pháp hấp thụ nguyên tử để xác định hàm lượng đồng từ 0,005 đến 0,12 % trong thiếc .

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 mẫu được hoà tan bằng hỗn hợp axit clohydric và axit nitric, sau đó tạo phức với axit tartric. Đồng thời cũng tạo phức giữa đồng với chì dietyldithiocarbamat. Phức này được tách ra bằng clorofoc sau đó một độ quang trên máy so màu quang điện ở bước sóng 400 đến 450 nm hay máy phổ kế ở bước sóng 436 nm.

1.2. Thiết bị, hoá chất và dung dịch .

Máy so màu quang điện hay máy phổ kế cùng các phụ kiện kèm theo .

Axit nitric d 1,40 và dung dịch (1 + 2)

Axit clohydric d 1,19 .

Hỗn hợp axit clohydric và axit nitric tỷ lệ 3 + 1

dung dịch pha xong dùng ngay

Amôniac d 0,91

Dung dịch axit tartric (40 g hoà tan trong 100 ml nước cất).

Clorofoc .

Chì exêtat .

Natri.N,N- dietyldithiocabamat

Chì dietyldithiocabamat hoà tan trong clorofoc (0,4g chì exêtat hoà tan trong 50 ml nước cất. Các dung dịch được rót vào phễu chiết dung tích 500 ml lắc đều cho đến khi xuất hiện kết tủa trắng. Hoà tan kết tủa này bằng 250ml clorofoc, lắc thật mạnh phễu chiết trong vòng 1 phút. Chiết giữ lại phần lớp clorofoc sau cho thêm 150-200 ml nước cất, lắc thật mạnh (rửa lớp clorofoc). Tách bỏ lớp nước ở dưới, lớp clorofoc được rót vào bình thủy tinh có màu qua phễu và giấy lọc khô .

Đồng kim loại .

Dung dịch đồng chuẩn.

Dung dịch A : 0,100 g đồng hoà tan trong 10 ml axit nitric, đun sôi để loại oxyt nito. Dung dịch để nguội và chuyển vào bình định mức dung tích 1000 ml thêm nước đến vạch lắc đều.

1 ml dung dịch A này chứa 0,1 mg đồng .

Dung dịch B : 10 ml dung dịch A chuyển vào bình định mức dung tích 100 ml, thêm nước đến vạch, lắc đều.

1 ml dung dịch B này chứa 0,01 mg đồng .

1.3. Tiến hành phân tích .

Cân 0,5 g mẫu cho vào cốc dung tích 100 ml hoà tan bằng 100 ml hỗn hợp axit. Mẫu tan xong được cô đến còn 2 - 3 ml thì cho thêm vào 3 ml axit clohydric và 10 ml dung dịch axit tarttric (nếu cần đun nóng cho hoà tan hoàn toàn các muối, để nguội).

Với hàm lượng đồng đến 0,01 % khi tiến hành phân tích sẽ dùng toàn bộ dung dịch. Với hàm lượng đồng lớn hơn 0,01 % , chuyển dung dịch vào bình định mức dung tích 50 ml, thêm nước cất đến vạch lắc đều. Lấy ra một phần dung dịch để phân tích theo bảng 1 .

Bảng 1

Hàm lượng đồng , %	Dung dịch lấy để phân tích , ml
Đến 0,01	Toàn bộ dung dịch
Lớn hơn 0,01 đến 0,03	10
" 0,03 " 0,12	5

Phần dung dịch lấy ra chuyển vào cốc dung tích 50 ml. Nếu như phần dung dịch lấy ra phân tích là 5 ml thì thêm nước cất đến 10 ml. Trung hoà dung dịch đến pH = 1, kiểm tra bằng giấy đo pH vạn năng. Chuyển dung dịch này vào phễu chiết 50 ml tráng xung quanh thành cốc 3 lần bằng 10 ml nước cất . Thêm 10 ml dung dịch chỉ dietyldithiocabamat và lắc mạnh trong 2 phút. Sau khi phân lớp, chiết kỹ lớp dung dịch chlorofooc vào ống nghiệm hay cuvet để đo mật độ quang. Nếu dùng máy so màu quang điện thì đo ở bước sóng 400 đến 450nm, máy phổ kế ở bước sóng 436 nm. Dung dịch so sánh là dung dịch chỉ dietyldithiocabamat trong chlorofooc .

Từ mật độ quang đo được của dung dịch mẫu chuẩn và mẫu kiểm tra theo đồ thị chuẩn sẽ tính được hàm lượng đồng trong mẫu phân tích .

1.4. Dụng đồ thị chuẩn .

Lấy 8 cốc dung tích 50 ml lần lượt cho vào 7 cốc : 0,5 ; 1,0 ; 2,0 ; 3,0 ; 4,0 ; 5,0 và 6 ml dung dịch B tương đương 0,005 ; 0,010 ; 0,02 ; 0,03 ; 0,04 ; 0,05 ; và 0,06 mg đồng. Cho vào từng cốc 3 ml axit clohydric, trung hoà bằng amoniac đến pH = 1. Tiếp theo tiến hành như điều 1.3. Dung dịch so sánh là dung dịch không có dung dịch đồng chuẩn. Trị số mật độ quang đo được của các dung dịch trên ứng với hàm lượng đồng đã lấy để phân tích. Trên cơ sở các thông số đó vẽ đồ thị chuẩn .

1.5. Tính kết quả .

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

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

Trong đó :

m_1 - khối lượng đồng tính được theo đồ thị chuẩn , g .

m - khối lượng mẫu cân tương ứng tính theo hàm lượng đồng qua đồ thị chuẩn , g .

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

Bảng 2

Hàm lượng đồng		%	Sai lệch cho phép (tuyệt đối)
Từ 0,002 đến 0,006			0,0015
Lớn hơn 0,006	" 0,010		0,0025
" 0,010	" 0,030		0,0050
" 0,030	" 0,050		0,0100
" 0,050	" 0,120		0,0200

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. Do mức độ hấp thụ nguyên tử đồng trong ngọn lửa axetylen với không khí ở bước sóng 324,7 nm.

2.2. Thiết bị, hoá chất và dung dịch.

Máy phân tích quang phổ hấp thụ và các dụng cụ kèm theo.

Bộ nguồn bức xạ đồng.

Cốc nhựa fluoroá hay bát bạch kim dung tích 50 ml.

Bình nhựa dung tích 50 ml.

Axit nitric d 1,40 và dung dịch (1 + 2).

Axit fluohydric nồng độ 40 %.

Hỗn hợp axit để hoà tan axit fluohydric với axit nitric và nước theo tỷ lệ 2 + 3 + 5. Hỗn hợp được chứa trong bình poliêtylen.

Thiếc kim loại

Đồng kim loại

Dung dịch đồng chuẩn : 0,100 g đồng hoà tan trong 20ml dung dịch axit nitric, đun sôi để loại hết oxyt nito, để nguội, chuyển dung dịch vào bình định mức dung tích 1000 ml, thêm nước cất đến vạch, lắc đều.

1 ml dung dịch này chứa 0,1 mg đồng.

2.4. Tiến hành phân tích

Bảng 3

Hàm lượng đồng trong mẫu, %	Lượng mẫu cân, g
Từ 0,005 đến 0,02	1
Lớn hơn 0,02 " 0,12	0,2

2.4.1. Tùy theo hàm lượng đồng cân một lượng mẫu theo bảng 3, Cho vào cốc nhựa (hoặc bát bạch kim) hoà tan bằng 10 ml hỗn hợp axit, cho vào từng lượng nhỏ một, tránh phản ứng mãnh liệt. Khi hết phản ứng đưa cốc vào bếp cách thủy đun nóng 1 - 2 phút, để nguội, chuyển dung dịch vào bình định mức 50 ml, thêm nước cất đến vạch, lắc đều.

Đo mức độ hấp thụ nguyên tử đồng trong ngọn lửa axetylen với không khí ở bước sóng 324,7 nm, song song với các dung dịch xây dựng đồ thị chuẩn, và mẫu kiểm tra. Hàm lượng đồng trong dung dịch được tính suy ra từ đồ thị chuẩn.

2.4.2. Dụng đồ thị chuẩn : Lấy 6 cốc nhựa (hoặc bát bạch kim) cho vào mỗi cốc một lượng mẫu cân thiếc nguyên

chết theo như bảng 3. Hoà tan bằng 10 ml hỗn hợp axit và tiến hành thao tác như phần 2.4.1, để nguội, chuyển vào các bình định mức dung tích 50 ml. Cho vào 5 trong số 6 bình, mỗi bình : 0,4 ; 1,0 ; 1,5 ; 2,0 ; 2,5 ml dung dịch đồng chuẩn, tương đương 0,04 ; 0,1 ; 0,15 ; 0,20 ; 0,25 mg đồng, thêm nước đến vạch, lắc đều. Đo mức độ hấp thụ nguyên tử của đồng theo điều 2.4.1. Các giá trị đo được tương ứng với các hàm lượng đồng lấy ra để phân tích. Trên cơ sở các thông số đó vẽ đồ thị chuẩn .

2.5. Tính kết quả .

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

$$X = \frac{(c_1 - c_2)}{m} \cdot V \cdot 100 ,$$

Trong đó :

- C_1 - hàm lượng đồng trong dung dịch mẫu thử tìm được theo đồ thị chuẩn , g/ml ;
- C_2 - hàm lượng đồng trong dung dịch mẫu kiểm tra, cũng tìm được qua đồ thị chuẩn , g/ml (nếu có) ;
- V - thể tích dung dịch mẫu đem thí nghiệm , ml ;
- m - khối lượng mẫu cân để phân tích , g .

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