

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

Nhóm F

THiếc		TCVN
Phương pháp xác định hàm lượng kẽm		2178-87
Олово.	Tin	Có hiệu lực từ
Метод определения содержания цинка.	Method for the determination of zine content	
		01/7/1988

Tiêu chuẩn này ban hành thay thế TCVN 2178- 77

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp so màu để xác định hàm lượng kẽm từ 0,0003 đến 0,002 % và phương pháp hấp thụ nguyên tử với hàm lượng kẽm từ 0,001 đến 0,002 % 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, axit bromhydric với brom, thiếc được tách ra dưới dạng bromua. Kẽm được tạo phức màu với ditizôn trong tetraclorea cacbon và được đo mật quang trên máy so màu ở bước sóng 530-550 nm.

1.2. Thiết bị, hoá chất và dung dịch

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

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

Axit bromhydric d 1,49 .

Brom .

Hỗn hợp dung dịch axit để hoà tan : 25 ml axit clohydric, 25 ml axit bromhydric và 15 ml brom (pha

dùng ngay).

Amôniac d 0,91 và dung dịch 1 + 200

Hydrogen peoxyt dung dịch 30 %.

Axit axêtic d 1,05.

Natri axêtat.

Dung dịch đậm axêtat pH = 4,7 : 136 g natri axêtat hoà tan trong nước cất, sau chuyển vào bình định mức, dung tích 1000 ml, cho 60 ml axit axêtic, thêm nước cất đến vạch, lắc đều. Làm sạch dung dịch natri axêtat bằng dung dịch ditizôn như sau : cho 100 ml dung dịch natri axêtat vào phễu chiết, 2 đến 3 ml dung dịch ditizôn 0,005% trong dung môi tetra clorua cacbon, lắc đều và lại chiết. Quá trình lặp lại tới khi nào dung dịch ditizôn chiết ra vẫn giữ màu xanh.

Natri thiosunfat dung dịch 50 %. Cũng làm sạch bằng ditizôn giống như dung dịch đậm.

Tetraclorua cacbon.

Ditizôn (diphênylticonbazol).

Dung dịch 0,05 % (dung dịch dự trữ) 50 mg ditizôn hoà tan trong 50 ml dung dịch tetraclorua cacbon. Dung dịch được chuyển vào phễu chiết và lắc mạnh hai lần với 100 ml dung dịch amôniac. Dung dịch amôniac được rót vào cùng một lúc với 100 ml dung dịch tetraclorua cacbon, cho thêm vài giọt dung dịch axit clohydric đến môi trường axit yếu và lắc mạnh dung dịch đến khi lớp nước không còn có màu. Dung dịch ditizôn trong tetraclorua cacbon được chuyển vào trong phễu sạch, rửa, lắc mạnh 2 lần với nước. Lọc qua giấy lọc vào bình khô mẫu tối và được bảo quản ở nơi tối và mát.

Ditizôn dung dịch 0,005 % lấy dung dịch ditizôn 0,05 % ở trên pha loãng ra 10 lần bằng tetraclorea cacbon, dung dịch này dùng trong ngày .

Kẽm kim loại .

Dung dịch kẽm chuẩn :

Dung dịch A (dự trữ) : 0,1 g kẽm hoà tan trong 10 ml dung dịch axit clohydric (1 + 1) sau 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 kẽm .

Dung dịch B . Chuẩn bị dùng trong ngày. Lấy 10 ml dung dịch A cho vào bình định mức dung tích 10 ml, thêm nước cất đến vạch, lắc đều .

1 ml dung dịch B này chứa 0,01 mg kẽm,

Kali bícromat ;

Axit sunfuric d 1,84 ;

Dung dịch hỗn hợp cromic 10 % trong axit sunfuric.

Axit clohydric d 1,19 .

1.3. Tiến hành phân tích .

1.3.1. Cân 1 g mẫu thiếc cho vào cốc dung tích 250 ml hoặc là bát sứ dung tích 150 ml, cho vào 10 ml hỗn hợp dung dịch axit, đun mặt kính đồng hồ, không đun nóng, để mẫu tự tan hoàn toàn. Sau đó rửa mặt kính đồng hồ bằng 3 ml axit clohydric và đun nóng nhẹ cho bốc hơi đến khô lấy xuống, cho tiếp 5 ml hỗn hợp hoà tan để loại hoàn toàn thiếc và đun bốc hơi đến khô, sau cho vào muối khô đó 5 ml axit clohydric vài giọt dung dịch hydrogen peoxyt và lại đun bốc hơi tiếp đến khô. Lặp lại quá trình này một lần nữa. Cho vào muối khô đó 4 ml nước, đun mặt kính đồng hồ đun nóng cho muối tan hoàn toàn. Dung dịch chuyển vào phễu chiết dung tích 50 ml .

Tráng rửa cốc 2 lần bằng 4 ml nước cất. Cho vào phễu chiết 4 ml dung dịch axetat, 1 ml dung dịch thiosunfat 5 ml dung dịch ditizôn và lắc mạnh trong vòng 1 phút. Sau khi phân lớp tách phần hữu cơ vào bình định mức khô dung tích 25 ml. Phần nước sau khi tách ra cho vào phễu chiết và lại tiến hành chiết như trên cho tới khi nào màu của ditizôn không thay đổi. Gộp các phần dung môi hữu cơ đã tách vào bình định mức ở trên thêm ditizôn đến vạch, lắc đều và lọc dung dịch qua giấy lọc không tro khô, bình khô, bỏ đi phần nước lọc đầu tiên.

Đo mật độ quang của dung dịch trên máy so màu quang điện bước sóng 530 - 550 nm hay trên máy phổ kế ở bước sóng 540 nm. Dung dịch so sánh là dung dịch ditizôn song không có dung dịch tiêu chuẩn kẽm. Từ mật độ quang đo được ở trên qua đồ thị chuẩn sẽ xác định được hàm lượng kẽm trong mẫu phân tích.

1.3.2. Dung đồ thị chuẩn. Lấy 7 cốc dung tích 50 ml, cho vào 6 cốc : 0,5 ; 1,0 ; 1,5 ; 2,0 và 3 ml dung dịch B, tương ứng 0,005 ; 0,01 ; 0,015 ; 0,020 ; 0,025 ; và 0,030 mg kẽm. Cho tiếp vào 7 bình mỗi bình 8 ml nước, 4 ml dung dịch axetat lắc đều, 1 ml dung dịch natri thiosunfat, 5 ml dung dịch ditizôn và tiến hành phân tích theo điều 3.1. Dung dịch so sánh là dung dịch không có dung dịch tiêu chuẩn kẽm. Các trị số mật độ quang đo được tương ứng với hàm lượng kẽm đã lấy để phân tích. Trên cơ sở các thông số đó vẽ đồ thị chuẩn.

1.4. Tính kết quả.

1.4.1. Hàm lượng kẽm (X) tính bằng phần trăm theo công thức :

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

Trong đó :

m_1 - khối lượng kẽm trong mẫu thử tìm được qua đồ thị chuẩn , g ;

m - khối lượng mẫu cân lấy để phân tích , g .

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

Bảng

%

Hàm lượng kẽm	Sai lệch cho phép (tuyệt đối)
Đến 0,0003	0,00015
Lớn hơn 0,0003 đến 0,0005	0,0002
" 0,0005 " 0,0010	0,0004
" 0,0010 " 0,002	0,0005

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 dung dịch axit. Sau đó đo mức độ hấp thụ nguyên tử của kẽm trong ngọn lửa axêtylen với không khí ở bước sóng 213,8 nm .

2.2. Thiết bị, hoá chất và dung dịch .

Máy quang phổ hấp thụ nguyên tử và tất cả các phụ kiện kèm theo.

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

Axit fluohydric nồng độ 40 % ;

Hỗn hợp axit : 25 ml axit clohydric, 25 ml axit bromhydric và 15 ml brom (pha dùng ngay) ;

Hỗn hợp dung dịch crômíc 10 % trong axit Sunfuric ,
Kẽm kim loại .

Dung dịch kẽm chuẩn :

Dung dịch A : 0,100 g kẽm hoà tan trong 20 ml dung dịch axit clohydric, chuyển vào bình định mức dung tích 1000 ml thêm nước đến vạch, lắc đều .

1 ml dung dịch A có chứa 0,1 mg kẽm

Dung dịch B : lấy 10 ml dung dịch A cho vào bình định mức dung tích 100 ml thêm nước cất đến vạch lắc đều

1 ml dung dịch B có chứa 0,01 mg kẽm .

Axit clohydric d 1,19 ;

Kali bícromat ;

Axit sunfuric d 1,84 .

2.3. Tiến hành phân tích

2.3.1. Cân 1 gam mẫu cho vào cốc nhựa fluo hoá dung tích 50 ml, cho 10 ml hỗn hợp axit để hoà tan, cho từng lượng nhỏ 1 - 2 ml để tránh phản ứng mãnh liệt. Khi mẫu hoà tan hết, đun nóng nhẹ trên bếp cách thuỷ vài phút (không đun sôi) để nguội, chuyển vào bình định mức dung tích 50 ml, thêm vào 10 ml hỗn hợp axit và thêm nước cất đến vạch, lắc đều. Đo mức độ hấp thụ nguyên tử của kẽm trong ngọn lửa axetylen với không khí ở bước sóng 213,8nm

Tiến hành đo đồng thời với dung dịch kiểm tra. Hàm lượng kẽm được tính suy ra từ đồ thị chuẩn.

2.3.2. Dụng đồ thí chuẩn

Lấy 7 bình định mức dung tích 50 ml, cho vào 6 bình: 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; và 3,0 ml dung dịch B, tương đương 0,005; 0,01; 0,015; 0,020; 0,025 và 0,030 mg kẽm. Cho vào tất cả các bình mỗi bình 10 ml hỗn hợp axit, thêm nước đến vạch, lắc đều. Tiến hành đo độ hấp thụ nguyên tử theo điều kiện

2.3.1. Giá trị đo nhận được tương ứng với hàm lượng kẽm đã lấy để phân tích. Trên cơ sở các thông số đó vẽ đồ thị chuẩn.

2.4. Tính kết quả

2.4.1. Hàm lượng kẽm (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 kẽm trong dung dịch mẫu tính suy ra từ đồ thị chuẩn, g/ml;

C_2 - Hàm lượng kẽm trong mẫu kiểm tra suy ra từ đồ thị chuẩn (nếu có) g/ml;

V - Thể tích dung dịch mẫu thử lấy để phân tích, ml;

m - Khối lượng mẫu cân, g ;

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