

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

Nhóm B

T H I Ế C	TCVN
Phương pháp xác định hàm lượng sắt	2173- 87
Олово. Tin	
Метод определения содержания железа. Method for the determination of iron content	Có hiệu lực từ 101/7/1988

Tiêu chuẩn này ban hành thay thế TCVN 2173-77

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp so màu và phương pháp hấp thụ nguyên tử để xác định hàm lượng sắt từ 0,002 đến 0,05 % trong thiếc.

Khi tiến hành phân tích phải tuân theo những yêu cầu chung trong TCVV 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 Sắt được tạo thành phức màu với 1,10 phenantrôlin và đo mật độ quang trên máy so màu quang điện hay phổ kế ở bước sóng 510 nm

1.2. Thiết bị, hoá chất và dung dịch .

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

Axit clohydric d1,19

Axit bromhydric d1,49

Brom

Hỗn hợp dung dịch axit hoà tan (pha dùng ngay):

45 ml axit clohydric, 45 ml axit bromhydric
và 10 ml brom .

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

Peoxyd hydrogen dung dịch 30 %

Axit axêtic d 1,05

Natri axêtat .

Dung dịch 1 : Hydrôxilamin clorua, dung dịch 1%
(pha dùng ngay)

Dung dịch 2 : 1,10-phênantrôlin (hoặc là 1,10 -
phênantrôlin clorua), dung dịch 0,15%.

Dung dịch 3 : 270 g natri axêtat hoà tan trong
500 ml nước cất, cho vào 240 ml axit
axêtic. Lọc, chuyển dung dịch vào bình
định mức dung tích 1000 ml thêm nước
cất đến vạch, lắc đều .

Dung dịch hỗn hợp để so màu (pha dùng ngay) : trộn 3
dung dịch 1, 2, 3 theo tỷ lệ (1 + 2 + 3)

Sắt kim loại .

Dung dịch sắt chuẩn :

- Dung dịch A : cho 0,100 gam sắt cho vào cốc dung
tích 100 ml hoà tan bằng 50 ml dung dịch axit nitric và
đun sôi để loại oxit nitơ. Dung dịch để nguội chuyển vào
bình định mức dung tích 1000 ml, thêm nước cất đến vạch
lắc đều .

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

- Dung dịch B : cho 10 ml dung dịch A cho vào bình

định mức dung tích 100 ml, thêm nước cất đến vạch lắc đều, dung dịch pha trước khi sử dụng .

1 ml dung dịch B này chứa 0,01 mg sắt

1.3. Tiến hành phân tích

1.3.1. Cân 0,5 gam mẫu cho vào cốc dung tích 250 ml, thêm 10 ml hỗn hợp hoà tan, đậy cốc bằng mặt kính đồng hồ để nguyên đến khi tan hết mẫu. Tráng mặt kính đồng hồ bằng 3 ml axit clohydric, sau đó đun nóng nhẹ cho bốc hơi dung dịch đến khô, cho tiếp 5 ml hỗn hợp và lại cho bốc hơi ... Làm như vậy 4 đến 6 lần cho tới khi thiếc được tách ra hoàn toàn. Phần muối khô được thấm ướt bằng 0,5 ml axit clohydric thêm 3 ml axit nitric và lại đun nóng nhẹ cho bốc hơi tới khi còn không quá 0,5 ml .

Nếu phần muối đó có màu nâu xám, thêm vào tiếp 2 ml axit clohydric, vài giọt dung dịch peoxyt hydrogien và lại đun nhẹ cho bốc hơi đến khô. Cần thiết lặp lại quá trình trên 1 - 2 lần. Sau đó phần muối khô được thấm ướt bằng 0,5 ml axit clohydric, 3 ml axit nitric và lại đem đun nhẹ cho bốc hơi đến khi thể tích còn không quá 0,5 ml. Thêm nước cất đến khoảng 20 ml, lắc cho tan hết và chuyển vào bình định mức dung tích 100 ml, thêm nước cất đến 50 ml, rót vào 25 ml dung dịch hỗn hợp tạo màu và cho tiếp nước cất vào cho đủ 100 ml. pH cần đạt là 4 - 4,5. Sau 30 phút đo mật độ quang ở bước sóng 510 nm. Dung dịch so sánh là dung dịch kiểm tra không có dung dịch sắt chuẩn. Hàm lượng sắt được tính suy ra từ đồ thị chuẩn .

1.3.2. Dụng đồ thí chuẩn .

Lấy 9 cốc dung tích 100 ml, cho vào 8 cốc mỗi cốc 1,0; 2,0; 4,0 ; 6,0; 8,0; 10,0; 20,0; và 30,0 ml dung dịch B, tương đương 0,01; 0,02; 0,04; 0,06; 0,08; 0,10; 0,20; và 0,30 mg sắt. Cho vào tất cả các cốc 50 ml nước cất, 25 ml dung dịch hỗn hợp để so màu và sau đó tiếp tục tiến hành theo điều 1.3.1. Dung dịch so sánh là dung dịch không có chứa dung dịch sắt chuẩn. Trị số đo được của mật độ quang các dung dịch sẽ tương ứng với các hàm lượng sắt 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 sắt (X) tính bằng phần trăm, theo công thức sau :

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

Trong đó: m_1 - khối lượng sắt trong dung dịch mẫu thử.
 tính suy ra được từ đồ thị chuẩn, μ ;
 m - khối lượng mẫu cân 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 ..

Hàm lượng sắt	Sai lệch cho phép (tuyệt đối)
Từ 0,002 đến 0,005	0,001
Lớn hơn 0,005 " 0,010	0,002
" 0,010 " 0,02	0,003
" 0,020 " 0,05	0,005

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 của sắt, trong ngọn lửa axêtylen với không khí bước sóng 248,3 nm.

2.2. Thiết bị, hoá chất và dung dịch

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

Bộ nguồn phát xạ sắt .

Cốc bằng chất dẻo fluo hoá dung tích 50 ml hoặc là bát bạch kim dung tích không nhỏ hơn 50 ml.

Bình pôliêtylen dung tích 50 ml.

Axit Nitric d1,40 và dung dịch (1 + 2).

Axit fluohydric 40% .

Hỗn hợp dung dịch Axit hoà tan; axit fluohydric, axit nitric và nước trộn với nhau theo tỷ lệ (2 + 3 + 5) . Hỗn hợp được bảo quản trong bình pôliêtylen.

Thiếc kim loại .

Sắt kim loại

Dung dịch sắt chuẩn : cho 0,100 g sắt vào cốc dung tích 100 ml, hoà tan bằng 25 ml dung dịch axit nitric và đun sôi để loại hết oxyt nito. Để nguội dung dịch và chuyển vào bình định mức dung tích 1000 ml thêm nước cất đến vạch léc đều .

1 ml dung dịch này có chứa 0,1 mg sắt .

2.3. Tiến hành phân tích

2.3.1. Cân 1 gam mẫu cho vào cốc chất dẻo hoặc là bát bạch kim, hoà tan bằng 10 ml hỗn hợp dung dịch axit, cho vào từng lượng nhỏ một, tránh phản ứng quá mạnh. Khi mẫu đã hoà tan hết, đun nóng nhẹ trong bếp cách thủy 1-2 phút không được đun sôi. Để nguội, chuyển vào bình định mức dung tích 50 ml, thêm nước cất đến vạch lắc đều. Đo mức độ hấp thụ nguyên tử của sắt trong ngọn lửa axetylen với không khí ở bước sóng 248,3 nm song song với dung dịch để xây dựng đồ thị chuẩn và mẫu kiểm tra. Hàm lượng sắt trong dung dịch mẫu được tính suy ra từ đồ thị chuẩn.

2.3.2. Dụng đồ thị chuẩn

Lấy 7 cốc chất dẻo fluo hoá (hoặc 7 bát bạch kim) cho vào mỗi cốc 1 gam thiếc, 10 ml hỗn hợp dung dịch axit hoà tan và tiến hành như điều 2.3.1. Để nguội dung dịch và chuyển vào bình định mức dung tích 50 ml. Cho vào 6 trong 7 bình : 0,2; 0,4; 1,0; 2,0; 4,0; và 6,0 ml dung dịch sắt chuẩn, tương đương với 0,02; 0,04; 0,10; 0,20; 0,40; và 0,60 mg sắt, thêm nước đến vạch, lắc đều.

Đo mức độ hấp thụ nguyên tử của sắt theo điều 2.4.1. Trị số đo nhận được ứng với hàm lượng sắt 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 sắt (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 sắt trong mẫu thử tính suy ra từ đồ thị chuẩn, g/ml,
- C_2 - Hàm lượng sắt trong mẫu kiểm tra tính suy ra từ đồ thị chuẩn, g/ml (nếu có),
- V - Thể tích dung dịch mẫu thử, 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 .
