

|   |   |
|---|---|
| <b>NATRI HIDROXIT KỸ THUẬT</b><br><b>Phương pháp so màu xác định hàm lượng thủy ngân</b><br><b>Sodium hydroxide technical</b><br><b>Photometric method of test for mercury contents</b> | <b>TCVN 3804 - 83</b><br><b>Có hiệu lực từ 1-7-1984</b> |
|---|---|

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp so màu xác định hàm lượng thủy ngân với chất tạo màu ditizon

### 1. QUY ĐỊNH CHUNG

1.1 Khi tiến hành thử, nếu không có quy định nào khác, phải dùng thuốc thử loại " tinh khiết phân tích – TKPT" , và nước cất theo TCVN 2117-71

1.2 Khi tiến hành so màu, phải dùng các ống so màu hình trụ có cùng kích thước. Phải so cường độ màu theo chiều dọc của ống qua gương phản chiếu

1.3 Lấy mẫu theo TCVN 3794-83

1.4 Chuẩn bị mẫu thử

Cân 40 g mẫu, đã lấy theo điều 1.3 với độ chính xác 0,01 g trong cốc có nút. Hoà tan và chuyển hết mẫu sang bình định mức dung tích 500 ml. Thêm nước đến vạch mức và lắc đều.

Chuyển dung dịch mẫu sang bình nhựa polyetylen có nút khô, sạch, nếu để lâu.

### 2. NGUYÊN TẮC

Tiến hành tạo phức thủy ngân với ditizon chiết phức của thủy ngân bằng clorofooc, hoặc cacbon tetraclorea, đem so màu với dung dịch thủy ngân tiêu chuẩn.

### 3. DUNG DỊCH VÀ THUỐC THỬ

Natri axetat, dung dịch 1 N;

Axit axetic, dung dịch 1 N;

Axit nitric, dung dịch có  $d = 1,34$ ;

Clorofooc;

Kali iodua, dung dịch 10 %;

Thủy ngân ( II ) clorua;

Dung dịch đệm axetat: hỗn hợp của natri axetat 1 N và axit axetic 1 N theo tỷ lệ 1 : 1;

Trilon B dung dịch 0,1 N chuẩn bị như sau: cân 1,680 g trilon B chính xác tới 0,001 g cho vào bình định mức dung tích 100 ml, hoà tan trong 50 ml, rồi thêm nước tới vạch, lắc đều;

Ditizon, dung dịch trong clorofooc, được chuẩn bị như sau: hoà tan 0,1 g dithizon vào bình định mức dung tích 100 ml chứa 30 ml clorofooc. Thêm clorofooc đến vạch mức, lắc đều. Dung dịch được bảo quản trong chai màu nâu ở nhiệt độ thấp có lớp axit sunfuric ở trên. Khi dùng, hút 0,50 ml, pha loãng với 25 ml clorofooc;

Dung dịch thuỷ ngân tiêu chuẩn được chuẩn bị như sau: cân 1,3537 g thuỷ ngân ( II ) clorua cho vào bình định mức dung tích 1000 ml. Hoà tan trong khoảng 300 ml nước, thêm nước đến vạch và lắc đều. Pha loãng dung dịch trên 100 lần sẽ có dung dịch thuỷ ngân tiêu chuẩn chứa 0,01 mg Hg trong 1 ml;

Kali pemaganat, dung dịch 0,2 N;

Axit oxalic, dung dịch 5 %;

Natri nitrat, dung dịch không chứa thuỷ ngân, chuẩn bị như sau: cân 21,2 g natri nitrat, hoà tan trong 100 ml nước, thêm vào 10 ml dung dịch đệm axetat, thêm nước đến vạch mức 250 ml. Chuyển hết dung dịch sang phễu chiết 500 ml. Dùng dithizon để chiết thuỷ ngân cho đến khi màu của dung dịch không thay đổi khi cho lượng dithizon mới vào. Dung dịch được rửa bằng clorofooc, sau đó đun nhẹ tách đuôi hoàn toàn clorofooc.

Giấy đo pH;

Amoni hidroxit, dung dịch 10 %.

#### **4. TIẾN HÀNH THỬ**

##### **4.1. Chuẩn bị dung dịch tiêu chuẩn**

Sau khi cho vào 4 cốc thuỷ tinh chịu nhiệt loại dung tích 100 ml, mỗi cốc 25 ml natri nitrat, thêm lần lượt 0; 0,5; 1,0; 1,5 ml dung dịch thuỷ ngân tiêu chuẩn, thêm 0,5 ml axit nitric, đun sôi và cho vào 0,1 ml kali pemanganat, lại đun sôi tiếp trong 3 phút, các bước tiếp theo giống như phần chuẩn bị mẫu thử.

##### **4.2. Chuẩn bị mẫu và tiến hành thử**

Dùng pipat hút 5 ml dung dịch mẫu đã chuẩn bị theo điều 1.4, cho vào cốc thuỷ tinh chịu nhiệt dung tích 100 ml, thêm vào 10 ml nước. Căn thận trung hoà bằng axit nitric đến pH = 4 theo giấy pH, thêm dư 0,5 ml axit nitric, đun sôi. Thêm vào 0,1 ml kali pemanganat, tiếp tục đun sôi 3 phút.

Sau đó vừa khuấy, vừa thêm từng giọt axit oxalic cho đến khi dung dịch mất màu, đun sôi tiếp khoảng 1 phút, làm lạnh dung dịch đến nhiệt độ phòng, trung hoà dung dịch bằng amoni hidroxit đến pH= 4, rồi chuyển hết dung dịch sang phễu chiết. Thêm vào 2 ml dung dịch trilon B, dung dịch đệm axetic, lắc đều trong 1 phút.

Tiến hành chiết thuỷ ngân hai lần, mỗi lần cho vào dung dịch mẫu 1 ml dung dịch dithizon trong clorofooc, lắc đều 2-3 phút. Để yên cho dung dịch phân lớp, tách lớp clorofooc vào ống so màu có dung tích 25 ml, tiến hành so màu với dãy dung dịch tiêu chuẩn trên nền trắng sữa.

#### **5. TÍNH TOÁN KẾT QUẢ**

5.1 Hàm lượng thuỷ ngân ( X ), tính bằng phần trăm theo công thức :

$$X_1 = \frac{\frac{a \cdot 100}{M \cdot 5}}{500} = \frac{a \cdot 1000}{M}$$

trong đó :

M – lượng mẫu thử, tính bằng g;

a- lượng thủy ngân trong dung dịch tiêu chuẩn có màu tương ứng với màu của dung dịch thử, tính bằng g;

3.2 Kết quả cuối cùng là trung bình cộng của ít nhất hai kết quả xác định song song, khi chênh lệch không vượt quá 10 % so với giá trị nhỏ nhất.