

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 5361 : 1991

GRAPHIT –

PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG THORI OXIT

Graphite – Method for the determination of thorium oxide content

HÀ NỘI - 2008

Lời nói đầu

TCVN 5361 : 1991 do Trung tâm phân tích - Viện Năng lượng nguyên tử quốc gia biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng trình duyệt, Ủy ban khoa học Nhà nước (nay là Bộ Khoa học và Công nghệ) ban hành.

Tiêu chuẩn này được chuyển đổi năm 2008 từ Tiêu chuẩn Việt Nam cùng số hiệu thành Tiêu chuẩn Quốc gia theo quy định tại khoản 1 Điều 69 của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật và điểm a khoản 1 Điều 6 Nghị định số 127/2007/NĐ-CP ngày 1/8/2007 của Chính phủ quy định chi tiết thi hành một số điều của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật.

Graphit – Phương pháp xác định hàm lượng thori oxit

Graphite – Method for the determination of thorium oxide content

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp trắc quang xác định hàm lượng thori oxit áp dụng cho quặng graphit, tinh quặng và các sản phẩm làm từ graphit.

1 Nguyên tắc

Phương pháp này dựa trên việc tạo thành phức màu đỏ da cam của thoron và đo quang dung dịch màu.

2 Thiết bị, dụng cụ và hóa chất

2.1 Thiết bị và dụng cụ

Máy trắc quang;

Cân phân tích;

Lò nung 1000 °C;

Chén sứ;

Giấy lọc băng xanh;

2.2 Hóa chất

Axit clohydric, dung dịch 1 :3;

Axit nitric, dung dịch 1 : 1;

Axit hydroxit, dung dịch 2 %;

TCVN 5361 : 1991

Axit ascobic, dung dịch 1 %;

Thoron, dung dịch 0,1 %;

Dung dịch thori chuẩn: Dung dịch A. Được chuẩn bị như sau: cân 2,1 g đến 2,2 g thori nitrat ngâm bốn phần tử nước hòa tan bằng nước vào bình định mức dung tích 1000 ml, axit hóa bằng vài dung dịch axit nitric 1 : 1, định mức bằng nước đến vạch. Dung dịch này xác định lại độ chuẩn.

Xác định độ chuẩn của thori oxit: Dùng pipet lấy 100 ml dung dịch A cho vào cốc, đun đến gần sôi, thêm từng giọt dung dịch hydroxit amoni 2 % đến có mùi, đun nóng dung dịch có kết tủa 3 phút trên bếp cách cát, lọc kết tủa bằng giấy lọc băng trắng, rửa kết tủa 5 lần bằng dung dịch nóng amoni nitrat 2 %. Sau đó rửa 3 lần bằng nước nóng. Giấy lọc và kết tủa cho vào chén sứ đã xác định khối lượng, nung chén trong lò nung ở nhiệt độ 800 °C đến 900 °C khoảng 30 phút đến 40 phút, để nguội trong bình hút ẩm, cân lượng kết tủa thori oxit. Từ khối lượng thori oxit tính ra lượng thori oxit có trong 100 ml dung dịch A.

Dung dịch B chuẩn bị như sau: Dùng pipet lấy một lượng dung dịch A sao cho lượng thori oxit là 1 mg cho vào bình định mức 100 ml, định mức bằng nước đến vạch, 1 ml dung dịch này chứa 10 µg thori oxit.

3 Cách tiến hành

3.1 Cân 1 g đến 2 g mẫu graphit vào chén sứ (tùy theo hàm lượng thori có trong mẫu), tro hóa mẫu trong lò nung ở nhiệt độ 300 °C trong khoảng 4 giờ đến 5 giờ (tùy theo hàm lượng cacbon có trong mẫu) để nguội, chuyển mẫu vào cốc dung tích 250 ml, thêm 5 ml axit clohydric, đậy nắp kính đồng hồ và đun nhẹ trên bếp điện khoảng 15 phút. Sau đó thêm 15 ml axit nitric đun nhẹ cho đến khi hết khói nâu (quá trình này lặp lại từ 2 đến 3 lần). Bỏ nắp kính đồng hồ và tiếp tục đun cho đến khi tạo thành muối ẩm. Sau đó cô cạn mẫu cho đến khi muối ẩm 3 lần nữa, mỗi lần với 5 ml axit clohydric. Hoà tan mẫu bằng 5 ml dung dịch axit clohydric 1 : 3, thêm nước để thể tích dung dịch khoảng 30 ml, đun nóng nhẹ, lọc dung dịch qua giấy lọc băng xanh vào bình định mức 50 ml, rửa cạn nhiều lần bằng nước nóng, định mức đến vạch bằng nước, lắc kỹ (dung dịch gốc).

3.2 Lấy bằng pipet lượng dung dịch B (sao cho hàm lượng thori từ 20 µg đến 50 µg) cho vào bình định mức dung tích 25 ml, thêm 2,5 ml dung dịch axit clohydric 1 : 3, 2 ml axit ascobic 1 %, lắc đều và để yên vài phút. Thêm 3 ml dung dịch thoron 0,1 % và định mức bằng nước đến vạch. Sau 20 phút tiến hành đo mật độ quang của dung dịch trên máy so màu ở bước sóng 545 nm với cuvet chiều dày lớp hấp thụ ánh sáng 50 mm.

Dung dịch so sánh được chuẩn bị như trên nhưng không có dung dịch gốc.

Từ giá trị mật độ quang của dung dịch phân tích xác định hàm lượng thori trên đồ thị chuẩn.

3.3 Lập đồ thị chuẩn như sau: dùng pipet cho vào các bình định mức dung tích 25 ml những lượng: 1 ml; 2 ml; 3 ml; 4 ml; và 5 ml dung dịch B tương ứng với 10 g; 20 g; 30 g; 40 g; 50 g. Sau đó làm tiếp theo như đã chỉ dẫn ở 3.2.

Để xây dựng đồ thị chuẩn lấy kết quả trung bình của ba lần đo mật độ quang của mỗi dung dịch.

Theo giá trị trung bình mật độ quang đo được và hàm lượng thori oxit đã biết lập đồ thị chuẩn.

4 Tính kết quả

4.1 Hàm lượng thori oxit (X) được tính bằng phần trăm, theo công thức:

$$X = \frac{m_1 \times V \times 100}{m \times V_1}$$

trong đó

m_1 là lượng thori oxit tìm thấy trên đồ thị chuẩn, tính bằng miligam;

V là thể tích toàn bộ dung dịch phân tích, tính bằng mililit;

V_1 là phần thể tích dung dịch lấy để phân tích, tính bằng mililit;

m là lượng mẫu graphit, tính bằng gam.

4.2 Sai lệch cho phép giữa các kết quả của hai phép xác định song song không được lớn hơn giá trị trong Bảng dưới đây.

%

Hàm lượng thori oxit	Sai lệch cho phép
Từ 0,005 đến 0,01	0,0005
Từ 0,01 đến 0,05	0,0010

Kết quả cuối cùng của phép thử là trung bình cộng các kết quả của hai phép xác định song song cuối cùng.