

CHÌ

(Tiêu chuẩn ngành: 52 TCN 354 - 89 có hiệu lực từ 16-10-89)

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định chì trong không khí vùng làm việc.

Phương pháp này chỉ xác định mức thấp nhất 0,2 microgam (Pb)/lít không khí.

I - Nguyên tắc:

Chì trong không khí dưới dạng khí dung hoặc bụi được hút vào dung dịch axit nitric, ống giữ bụi (allong) hoặc giấy lọc đặc biệt, chuyển thành chì nitrat.

Khi cho chì (Pb^{2+}) tác dụng với dithizon tạo thành chì dithizonat. Chì dithizonat được hòa tan trong dung môi hữu cơ cacbon tetraclorea đem so màu hay đo quang ở bước sóng hấp thụ tối đa $\lambda_{max} = 520nm$.

II - quy định chung:

- Hóa chất theo TCVN 1058 - 78.
- Nước cất ba lần theo TCVN 2117 - 77.
- Dung môi phải được cất lại trước khi dùng.
- Dụng cụ thủy tinh phải được làm sạch tráng axit nitric và tráng lại bằng nước cất ba lần, đem sấy khô.
- Cân phân tích có độ chính xác 0,1mg:
- Độ chính xác của phương pháp ở mức microgam. Sai số cho phép 5% .

III - Dụng cụ và hóa chất:

1. Dụng cụ

- Cân phân tích.
- Máy quang kế.
- Máy hút không khí.
- Lưu lượng kế (1 đến 5 lít/phút và 5 đến 20 lít/phút).
- Ống giữ bụi (allonge).
- Giấy lọc và phin lọc (loại Gelman).
- Chai nâu nút mài (500ml và 1000ml)
- Bình chiết 100ml

- Bình định mức 100ml và 500ml.
- Ống nghiệm 15 x 160mm.
- Ống so màu 20 ml.
- Pipet các loại.
- Bình Kejdaln 50 ml.
- Bình hấp thụ màng xốp 100 ml.

2. Hoá chất

- Chì nitrat khan.
- Clorofom.
- Cacbon tetratlorua.
- Axit nitric 65% (Kim loại nặng không quá: 0,00002%)
- Amon hydroxyt 20 đến 30% NH_3 (kim loại nặng không quá 0,00005%).
- Axit xitric.
- Kalixyanua.
- Dithizon.
- Axit pecloric 60% (kim loại nặng không quá: 0,00002%).

IV - Chuẩn bị dung dịch thử:

1. Axit nitric 1/10.

Pha loãng 100ml axit nitric đặc 65% ra 1 lít bằng nước cất ba lần.

2. Dung dịch dithizon. Pha 10 mg dithizon tinh khiết trong 1 lít clorofom. Bảo quản ở tủ lạnh. Khi dùng đặt lại ở nhiệt độ phòng.

3. Dung dịch Amon xitrat:

Hòa tan 25g axit xitric trong 250ml nước cất, trung hòa bằng amon hydroxyt đến điểm cuối có màu đỏ với chỉ thị phenol đỏ.

Pha loãng đến 500 ml bằng nước cất ba lần. Chiết bằng dung dịch dithizon trong clorofom đến cuối còn màu xanh nhạt. Chiết lại bằng clorofom đến điểm cuối không màu.

4. Dung dịch Kali xyanua:

Hòa tan 10g Kali xyanua trong một ít nước cất và pha loãng đến 100ml. Dung dịch pha dùng trong ngày.

5. Dung dịch chì mẫu:

a) Dung dịch mẹ: Chì nitrat được sấy khô ở 100°C trong vòng hai giờ, để nguội cân đúng 1,598 g. Hòa tan trong axit nitric 1/10 đến vừa đủ 1 lít (1ml = 10mg Pb).

b) Dung dịch chuẩn: Lấy 10ml dung dịch mẹ pha loãng ra đến 1 lít bằng axit nitric 1/10 (1ml = 10 microg Pb)

6 . Dung dịch kéo chì: trộn 30 ml dung dịch kali xyanua với 40ml dung dịch amon xitrat và 100 ml amon hydroxyt đặc, thêm vào 900ml nước cất ba lần. Dung dịch này dùng trong ngày.

7. Dung dịch hydroxylamin bão hòa. Cân 85g hydroxylamin clohydrat pha vào 100 ml nước cất ba lần.

V - Tiến hành thử:

1. Lấy mẫu và xử lý mẫu

a) Dạng khí dung: Bằng bình hấp thụ màng xốp chứa 20ml axit nitric 1/10 hút không khí nhiễm chì đi qua với tốc độ 1 lít/phút.

Nơi có hàm lượng chì lớn, thể tích không khí cần lấy 30 lít.

b) Dạng bụi: Hút bằng giấy lọc. Giấy lọc đặt trong phin lọc, hút không khí qua với tốc độ 20 lít/phút. Thể tích không khí cần lấy là 200 lít trở lên. Ghi thể tích không khí đã hút. Giấy lọc đã lấy mẫu từ phin lọc cho vào bình Kajdalan, thêm 1 ml axit nitric đặc và 2ml pecloric 60% , đặt lên bếp điện cho tan hết và sôi đến cô cạn. để nguội, thêm vào 1ml axit nitric đặc và 5ml nước cất, đặt lên nồi cách thủy cho bay hết NO₂ . Lấy ra làm nguội, đóng thể tích còn lại nếu ít quá thêm axit nitric 1/10 đủ 5ml để phân tích.

Hút bằng ống hút bụi (allonge). Ống giữ bụi đã được nhồi bông, hút không khí qua với tốc độ 20 lít/phút. Thể tích không khí cần lấy 200 l trở lên. Ghi thể tích không khí đã hút. Dùng đũa thủy tinh đẩy ngược bông từ trong ống hút bụi ra một cốc thủy tinh. Dùng 0,5 ml axit nitric 1/10 nóng (60 đến 70°C) rửa allonge và dồn vào cốc. Hòa tan chì ở bông bằng axit nitric 1/10 nóng ở trên. Chiết từ ba đến bốn lần: lần thứ nhất. 10ml, các lần sau mỗi lần 5 ml. Dịch chiết chì ở cốc đặt lên nồi cách thủy cho bốc hơi đến cạn. Sau đó cho vào 1 ml axit nitric đặc, tráng đều cốc, thêm 9 ml nước cất ba lần. Lấy 5ml đem phân tích.

2 - Cách xác định

a) Dụng đường mẫu: Chuẩn bị 5 ống nghiệm có 5ml axit nitric 1/10 chứa tương ứng 0; 2; 4; 6; 8 microgam Pb.

Thêm vào mỗi ống 2 giọt hydroxylamin clohydrat bão hòa.

Xếp sẵn 5 bình chiết dung tích 100ml, mỗi bình chứa 20ml dung dịch kéo chì. Đo độ pH (pH = 11).

Thêm vào mỗi bình chiết 10ml dung dịch dithizon, lắc đều để yên. Gạn bỏ phần clorofom. Rửa lần thứ nhất bằng 5 ml clorofom, lần thứ hai bằng 5ml cacbon tetra clorua.

Rót dung dịch chứa chì tương ứng trong các ống đã đánh dấu từng bình. Lắc đều. Thêm 5 ml cacbon tetracclorua. Lắc đều trong vòng 2 phút. Chiết lấy phần chì dithizonat tan trong cacbon tetra clorua. Dem soi ở máy quang kế với bước sóng hấp thụ tối đa $\lambda_{\max} = 520\text{nm}$. Thực hiện n lần ($n = 20$). Các dữ kiện thu được, dựng đường mẫu.

b) Cách xác định: Chuẩn bị bình chiết. có 20 ml dung dịch kéo chì. Thêm vào 10 ml dung dịch dithizon và thực hiện như phần trên.

Lấy 5 ml dung dịch đã hấp thụ khí dung chì hoặc dung dịch đã xử lý bụi chì (đã giở vào 2 giọt hydroxylamin clohydrat bão hòa). Dem thực hiện tiếp như phần dựng đường mẫu.

IV - Tính kết quả:

1 . Hàm lượng chì trong không khí (x) tính bằng mg/l theo công thức:

$$X = \frac{a.b}{c.V_0} \times 1/1000$$

Trong đó:

- a = Hàm lượng chì tương ứng với đường mẫu (microgam).
- b = Dung dịch hấp thụ chì (20ml).
- c = Dung dịch hấp thụ lấy ra phân tích (5ml)
- V_0 = Thể tích không khí đã hút tính về điều kiện tiêu chuẩn (1) (0°C và 760 mmHg).

$\frac{1}{1000}$: Hệ số chuyển từ microgam (μg) ra miligam (mg) chì.

2. Lượng chì trong mẫu bụi (X) tính bằng phần trăm theo công thức:

$$X = \frac{a.b}{c.M} \times \frac{1}{1000} \times 100$$

Trong đó:

- a = như phần trên
- b = như phần trên.
- c = như phần trên.

$$\frac{1}{1000} = \text{như phần trên.}$$

M = lượng bụi đem cân để phân tích (mg).

TaiLieu.vn