

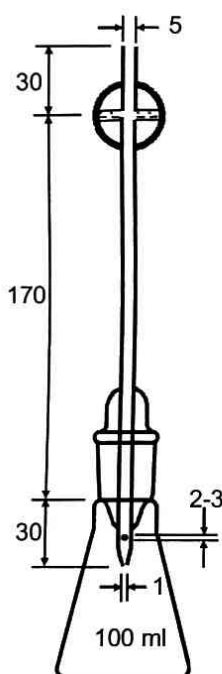
miếng giấy của bình thử phải không được đậm hơn vết màu trên miếng giấy của bình mẫu.

Phương pháp B

Lấy một lượng chế phẩm thử theo chỉ dẫn trong chuyên luận cho vào một ống nghiệm chứa 4 ml *acid hydrochloric* (TT) và khoảng 5 mg *kali iodid* (TT), thêm 3 ml *dung dịch hypophosphit* (TT). Đun cách thủy hỗn hợp trong 15 min, thỉnh thoảng lắc.

Tiến hành song song một mẫu so sánh trong cùng điều kiện, thay chế phẩm thử bằng 0,5 ml *dung dịch arsen mẫu 10 phần triệu As* (TT).

So sánh màu trong hai ống. Màu trong ống thử không được đậm hơn màu trong ống so sánh.



Hình 9.4.2 - Dụng cụ thử arsen
(Kích thước tính bằng milimét)

9.4.3 Calci

Các dung dịch dùng trong phép thử này phải được chuẩn bị với nước cất.

Thêm 1 ml *dung dịch amoni oxalat 4 %* (TT) vào 0,2 ml *dung dịch calci mẫu 100 phần triệu Ca trong ethanol 96 %* (TT). Sau 1 min, thêm hỗn hợp gồm 1 ml *dung dịch acid acetic 2 M* (TT) và 15 ml *dung dịch chế phẩm thử* như chỉ dẫn trong chuyên luận và lắc.

Sau 15 min, so sánh độ đục tạo thành trong ống thử với độ đục mẫu được chuẩn bị đồng thời trong cùng điều kiện nhưng thay *dung dịch chế phẩm thử* bằng hỗn hợp gồm 10 ml *dung dịch calci mẫu 10 phần triệu Ca* (TT) và 5 ml nước.

Ống thử phải không được đục hơn ống mẫu.

9.4.4 Chì trong đường

Tiến hành theo phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên

tử (Phụ lục 4.4, phương pháp 2), dùng ngọn lửa acetylen - không khí, đèn cathod rỗng chì và các dung dịch sau:

Dung dịch thử: Hòa tan 20,0 g chế phẩm thử trong *dung dịch acid acetic 1 M* (TT) để được 100,0 ml. Thêm 2,0 ml *dung dịch bão hòa amoni pyrolidin dithiocarbamat* (TT) và 10,0 ml *4-methylpentan-2-on* (TT), lắc trong 30 s, tránh ánh sáng. Để yên cho tách lớp và lấy lớp 4-methylpentan-2-on.

Các dung dịch đối chiếu: Chuẩn bị 3 dung dịch đối chiếu trong cùng điều kiện như *dung dịch thử*, bằng cách thêm riêng biệt 0,5 ml; 1,0 ml; 1,5 ml *dung dịch chì mẫu 10 phần triệu Pb* (TT) vào mỗi bình đã có 20,0 g chế phẩm thử.

Chuẩn bị một mẫu trắng trong cùng điều kiện giống như *dung dịch thử* nhưng không có chế phẩm thử.

Đo độ hấp thụ của *dung dịch thử*, 3 *dung dịch đối chiếu* và mẫu trắng ở cực đại 283,3 nm, dùng *dung dịch trắng* để hiệu chỉnh điểm 0 của máy. Vẽ đường biểu diễn sự phụ thuộc giữa độ hấp thụ với nồng độ chì trong các *dung dịch* và xác định hàm lượng của chì trong chế phẩm thử.

Hàm lượng chì không được lớn hơn 0,5 phần triệu trừ khi có chỉ dẫn khác.

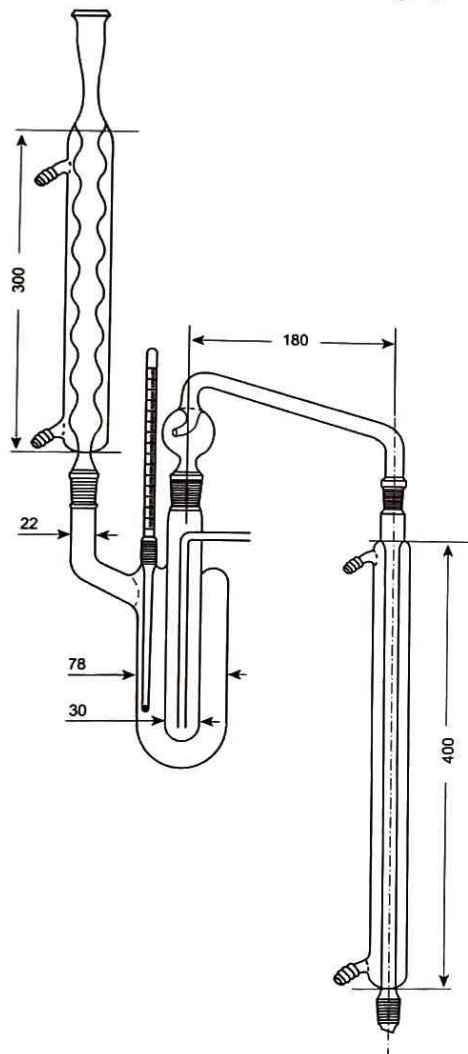
9.4.5 Clorid

Chuẩn bị *dung dịch thử* như chỉ dẫn trong chuyên luận, cho vào một ống nghiệm, pha loãng với nước đến 15 ml. Thêm 1 ml *dung dịch acid nitric 2 M* (TT) và 1 ml *dung dịch bạc nitrat 2 %* (TT). Để yên 5 min, tránh ánh sáng. So sánh độ đục tạo thành trong ống thử với độ đục trong ống mẫu được chuẩn bị đồng thời trong cùng điều kiện nhưng thay *dung dịch thử* bằng hỗn hợp gồm 10 ml *dung dịch clorid mẫu 5 phần triệu Cl* (TT) và 5 ml nước. Quan sát dọc theo trục ống nghiệm, dưới ánh sáng khuếch tán trên nền đen. Ống thử không được đục hơn ống mẫu.

9.4.6 Fluorid

Dùng thiết bị cất như mô tả trong Hình 9.4.6 bao gồm một ống nghiệm nút mài nối với một ống ngưng ruột thẳng. Ống nghiệm được đặt trong một bộ phận đun bằng thủy tinh chịu nhiệt kín có nối với một ống sinh hàn và nhiệt kế. Cân và chuyển một lượng chế phẩm như chỉ dẫn trong chuyên luận vào ống nghiệm, thêm 0,1 g cát đã được rửa bằng acid và 20 ml *dung dịch acid sulfuric 50 %* (t/tt). Rót *tetracloroethan* (TT) vào bình đun, đun nóng và giữ ở nhiệt độ sôi của *tetracloroethan* (146 °C). Chưng cất và hứng dịch cất vào bình định mức 100 ml có chứa sẵn 0,3 ml *dung dịch natri hydroxyd 0,1 N* (CĐ) và 0,1 ml *dung dịch phenolphthalein* (TT). Duy trì thể tích ở trong ống nghiệm là 20 ml trong suốt quá trình cất, và giữ cho dịch trong bình cất luôn luôn kiềm bằng cách thêm *dung dịch natri hydroxyd 0,1 N* (CĐ) nếu cần. Thêm nước vào bình hứng dịch cất vừa đủ 100 ml, được *dung dịch thử*. Chuẩn bị mẫu chuẩn với cùng điều kiện như mẫu thử nhưng thay chế phẩm bằng 5 ml *dung dịch fluorid chuẩn 10 phần triệu F* (TT). Lấy 2 ống nghiệm nút mài, thêm riêng rẽ 20 ml *dung*

dịch thử và dung dịch chuẩn và thêm 5 ml thuốc thử acid aminomethylizarindiacetic (TT) vào mỗi dung dịch, sau 20 min nếu dung dịch thử có màu xanh (ban đầu là màu đỏ) thì không được đậm hơn màu của dung dịch đối chiếu.



Hình 9.4.6 - Dụng cụ thử giới hạn fluorid
(Kích thước tính bằng milimét)

9.4.7 Kali

Thêm 2 ml dung dịch natri tetraphenylborat 1 % (TT) mới pha vào 10 ml dung dịch chế phẩm thử đã chỉ dẫn trong chuyên luận, để yên 5 min. So sánh độ đục tạo thành trong ống thử với độ đục trong ống mẫu được chuẩn bị đồng thời trong cùng điều kiện một hỗn hợp của 5 ml dung dịch kali mẫu 20 phần triệu K (TT) và 5 ml nước.

Độ đục trong ống thử không được đậm hơn độ đục trong ống mẫu.

9.4.8 Kim loại nặng

Các phương pháp sau đây yêu cầu dùng dung dịch thioacetamid (TT). Có thể dùng dung dịch natri sulfid (TT) (0,1 ml) để thay thế. Vì các phương pháp dưới đây được xây dựng dựa trên sử dụng dung dịch thioacetamid (TT) nên nếu sử dụng dung dịch natri sulfid (TT) thay thế thì phải chuẩn bị thêm dung dịch kiểm tra khi thử theo phương pháp 1, 2 và 8. Dung dịch kiểm tra được chuẩn

bị từ lượng chế phẩm giống như lượng chế phẩm dùng để chuẩn bị dung dịch thử và thêm thể tích dung dịch chỉ mẫu giống như thể tích dung dịch chỉ mẫu dùng để chuẩn bị dung dịch đối chiếu. Phép thử chỉ có giá trị khi dung dịch kiểm tra có màu đậm ít nhất là bằng màu của dung dịch đối chiếu.

Phương pháp 1

Dung dịch thử: 12 ml dung dịch chế phẩm được chuẩn bị như chỉ dẫn trong chuyên luận.

Dung dịch đối chiếu: Hỗn hợp gồm 10 ml dung dịch chỉ mẫu 1 phần triệu Pb (TT) hoặc dung dịch chỉ mẫu 2 phần triệu Pb (TT) tùy theo chỉ dẫn trong chuyên luận và 2 ml dung dịch thử.

Dung dịch mẫu trắng: Hỗn hợp gồm 10 ml nước và 2 ml dung dịch thử.

Thêm 2 ml dung dịch đệm acetat pH 3,5 (TT) vào mỗi dung dịch trên. Lắc đều và thêm dung dịch thu được vào 1,2 ml dung dịch thioacetamid (TT), lắc ngay. Quan sát các dung dịch sau 2 min.

Tính thích hợp của phép thử: Dung dịch đối chiếu phải có màu nâu nhạt khi so sánh với dung dịch mẫu trắng.

Đánh giá kết quả: Màu nâu của dung dịch thử, nếu có, không được đậm hơn màu của dung dịch đối chiếu.

Nếu như khó đánh giá kết quả, lọc các dung dịch qua màng lọc 0,45 µm nếu không có chỉ dẫn khác. Tiến hành lọc chậm và đều với áp lực lên piston nhẹ nhàng và liên tục. So sánh màu sắc của các vết trên màng lọc thu được từ các dung dịch.

Phương pháp 2

Dung dịch thử: 12 ml dung dịch chế phẩm được chuẩn bị như chỉ dẫn trong chuyên luận, dùng dung môi hữu cơ có chứa một tỷ lệ nước tối thiểu [Ví dụ như 1,4-dioxan (TT) hoặc aceton (TT) có chứa 15 % nước (tt/tt)].

Dung dịch đối chiếu: Hỗn hợp gồm 10 ml dung dịch chỉ mẫu (1 hay 2 phần triệu Pb tùy theo chỉ dẫn trong chuyên luận) và 2 ml dung dịch thử.

Dung dịch ion chỉ mẫu 1 hoặc 2 phần triệu Pb được pha chế bằng cách pha loãng dung dịch chỉ mẫu 100 phần triệu Pb (TT) với dung môi được dùng để pha dung dịch thử.

Dung dịch mẫu trắng: Hỗn hợp gồm 10 ml dung môi được dùng để pha dung dịch thử và 2 ml dung dịch thử.

Thêm 2 ml dung dịch đệm acetat pH 3,5 (TT) vào mỗi dung dịch trên. Lắc đều và thêm dung dịch thu được vào 1,2 ml dung dịch thioacetamid (TT), lắc đều ngay. Quan sát các dung dịch sau 2 min.

Tính thích hợp của phép thử: Dung dịch đối chiếu phải có màu nâu nhạt khi so sánh với dung dịch mẫu trắng.

Đánh giá kết quả: Màu nâu của dung dịch thử, nếu có, không được đậm hơn màu của dung dịch đối chiếu.

Nếu như khó đánh giá kết quả, lọc các dung dịch qua màng lọc 0,45 µm nếu không có chỉ dẫn khác. Tiến hành lọc chậm và đều với áp lực lên piston nhẹ nhàng và liên tục. So sánh màu sắc của các vết trên màng lọc thu được từ các dung dịch.