

Thủy ngân

Dung dịch mẫu: Dung dịch thử hoặc dung dịch trắng chuẩn bị như trên.

Acid: Dung dịch chứa 515 g/l acid hydrochloric không có kim loại nặng (TT).

Dung dịch khử: Dung dịch thiếc (II) clorid 1 % trong dung dịch acid hydrochloric loãng không có kim loại nặng (TT).

Áp dụng các thông số kỹ thuật trong Bảng 9.4.11.2.

Bảng 9.4.11.2 - Các thông số kỹ thuật để tiến hành phép thử

		As	Hg
Bước sóng	nm	193,7	253,7
Độ rộng khe	nm	0,2	0,5
Cường độ đèn	mA	10	4
Tốc độ acid	ml/min	1,0	1,0
Tốc độ dung dịch khử	ml/min	1,0	1,0
Tốc độ dung dịch mẫu	ml/min	7,0	7,0
Buồng đo		Thạch anh (làm nóng)	Thạch anh (không làm nóng)
Hiệu chỉnh đường nền		Không	Không
Tốc độ khí nitrogen	L/min	0,1	0,1

9.4.12 Phosphat

Thêm 4 ml dung dịch sufomolybdic (TT) vào 100 ml dung dịch đã được chuẩn bị, nếu cần thì trung hòa như chỉ dẫn. Lắc và thêm 0,1 ml dung dịch thiếc (II) clorid (TT₁). Chuẩn bị dung dịch chuẩn trong cùng điều kiện, dùng 2 ml dung dịch phosphat mẫu 5 phần triệu PO₄ (TT) và 98 ml nước. Sau 10 min, lấy mỗi dung dịch 20 ml và so sánh màu. Màu trong ống thử phải không được đậm hơn màu trong ống chuẩn.

9.4.13 Sắt

Hòa tan một lượng chế phẩm thử quy định trong nước rồi pha loãng với nước thành 10 ml, hoặc lấy 10 ml dung dịch chế phẩm thử như chỉ dẫn trong chuyên luận cho vào một ống Nessler. Thêm 2 ml dung dịch acid citric 20 % và 0,1 ml acid mercaptoacetic (TT). Lắc đều, kiểm hóa bằng dung dịch amoniac 10 M (TT) và pha với nước thành 20 ml. Để yên 5 min.

Chuẩn bị một dung dịch chuẩn trong cùng điều kiện, dùng 10 ml dung dịch sắt mẫu 1 phần triệu Fe (TT) thay cho dung dịch chế phẩm thử.

Màu hồng tạo thành trong dung dịch thử không được đậm hơn màu trong dung dịch chuẩn.

9.4.14 Sulfat

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

Thêm 1 ml dung dịch bari clorid 25 % (TT) vào 1,5 ml dung dịch sulfat mẫu 10 phần triệu SO₄ (TT), lắc và để yên 1 min. Thêm 15 ml dung dịch chế phẩm thử đã được chỉ dẫn trong chuyên luận hoặc thêm một lượng chế phẩm thử

quy định đã hòa tan trong 15 ml nước, và 0,5 ml dung dịch acid acetic 5 M (TT). Để yên 5 min.

Độ đục tạo thành trong ống thử không được đậm hơn trong ống chuẩn được chuẩn bị đồng thời trong cùng điều kiện, nhưng dùng 15 ml dung dịch sulfat mẫu 10 phần triệu SO₄ (TT) thay cho dung dịch chế phẩm thử.

9.4.15 Magnesi

Lấy 10 ml dung dịch thử được pha như chỉ dẫn của chuyên luận, thêm 0,1 g natri tetraborat (TT). Nếu cần thì điều chỉnh pH của dung dịch tới khoảng từ 8,8 đến 9,2 bằng dung dịch acid hydrochloric 2 M (TT) hoặc dung dịch natri hydroxyd 2 M (TT). Lắc 2 lần, mỗi lần với 5 ml dung dịch 8-hydroxyquinolin 0,1 % trong cloroform (TT), mỗi lần lắc 1 min, để yên cho tách lớp rồi gạn bỏ lớp cloroform phía dưới. Thêm vào lớp nước 0,4 ml n-butylamin (TT) và 0,1 ml triethanolamin (TT). Nếu cần thì điều chỉnh pH tới khoảng từ 10,5 đến 11,5. Thêm 4 ml dung dịch 8-hydroxyquinolin 0,1 % trong cloroform (TT), lắc 1 min rồi để yên cho tách lớp. Nếu lớp cloroform có màu thì không được đậm hơn màu mẫu thu được khi tiến hành như trên với 1 ml dung dịch magnesi mẫu 10 phần triệu Mg (TT) và 9 ml nước.

9.4.16 Magnesi và kim loại kiềm thổ

Lấy 200 ml nước, thêm 0,1 g hydroxylamin hydroclorid (TT); 10 ml dung dịch đệm amoniac pH 10,0 (TT); 1 ml dung dịch kẽm sulfat 0,1 M (CĐ) và khoảng 15 mg hỗn hợp đen eriocrom T (TT). Đun nóng tới 40 °C và chuẩn độ với dung dịch trilon B 0,01 M (CĐ) đến khi màu tím chuyển hẳn sang xanh. Thêm vào dung dịch một lượng chế phẩm đã được hòa tan trong 100 ml nước, hoặc một thể tích dung dịch chế phẩm, như chỉ dẫn trong chuyên luận. Nếu màu dung dịch chuyển sang tím, thì chuẩn độ tiếp với dung dịch trilon B 0,01 M (CĐ) đến khi màu hoàn toàn trở lại xanh. Thể tích dung dịch trilon B 0,01 M (CĐ) dùng trong lần chuẩn độ thứ hai không được quá lượng quy định.

9.5 XÁC ĐỊNH GIỚI HẠN CARBON MONOXYD TRONG KHÍ Y TẾ

Thiết bị

Thiết bị (Hình 9.5) gồm các phần sau được mắc nối tiếp với nhau:

U1: Ống hình chữ U chứa silica gel khan được tẩm crom (VI) oxyd (TT).

F1: Bình rửa chứa 100 ml dung dịch kali hydroxyd 40 % (TT).

U2: Ống hình chữ U chứa các hạt kali hydroxyd (TT) (ống này không cần khi thử carbon dioxyd).

U3: Ống hình chữ U chứa phosphor pentoxyd được phân tán trên đá bọt.

U4: Ống hình chữ U chứa 30 g các hạt iod pentoxyd kết tinh lại đã được sấy trước ở 200 °C và duy trì ở 120 °C