

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 (lâm nóng)	Thạch anh (không lâm 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

trong suốt quá trình thử. Iod pentoxyd được nhồi trong một ống thành các cột 1 cm được phân cách bằng các cột bông thủy tinh 1 cm để được một đoạn hữu hiệu dài 5 cm.

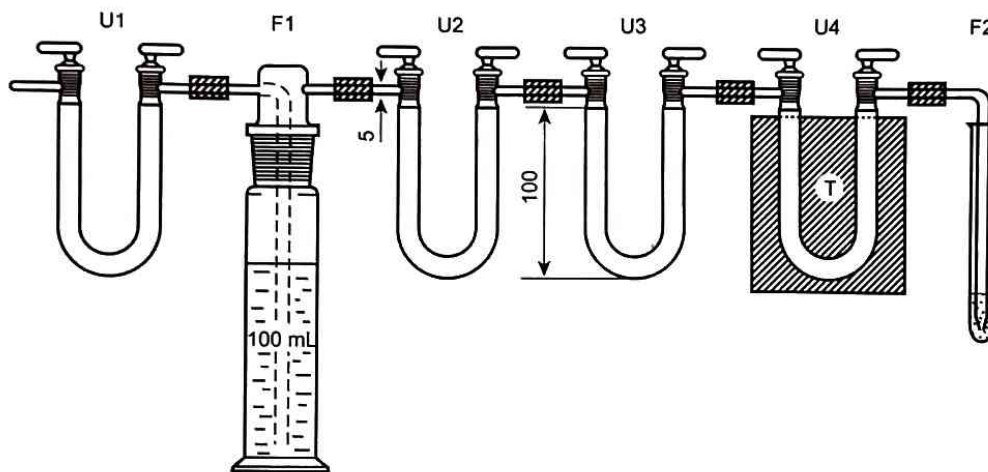
F2: Ống phản ứng chứa 2,0 ml dung dịch kali iodid 16,6 % (TT) và 0,15 ml dung dịch hồ tinh bột (TT).

Tiến hành

Rửa thiết bị bằng 5,0 L khí argon và nếu cần, làm mất màu của dung dịch iodid bằng cách thêm lượng ít nhất dung dịch natri thiosulfat 0,002 N (CD) mới pha. Tiếp tục rửa đến khi lượng dung dịch natri thiosulfat 0,002 N (CD) cần dùng

không quá 0,045 ml sau khi cho 5,0 L khí argon chạy qua. Cho khí cần kiểm tra chạy qua thiết bị, dùng thể tích và tốc độ dòng theo quy định trong chuyên luận riêng. Rửa vết iod giải phóng vào bình phản ứng bằng cách cho 1,0 L khí argon chạy qua. Chuẩn độ iod giải phóng bằng dung dịch natri thiosulfat 0,002 N (CD).

Tiến hành mẫu trắng trong cùng điều kiện, dùng thể tích argon theo quy định trong chuyên luận riêng. Thể tích dung dịch natri thiosulfat 0,002 N (CD) chênh lệch giữa hai lần chuẩn độ không được quá giới hạn quy định trong chuyên luận riêng.



Hình 9.5 - Thiết bị thử giới hạn carbon monoxyd (Kích thước tính bằng milimét)

9.6 XÁC ĐỊNH MẬT KHỐI LƯỢNG DO LÀM KHÔ

Mật khối lượng do làm khô là sự giảm khối lượng của mẫu thử biểu thị bằng phần trăm (khối lượng/khối lượng) khi được làm khô trong điều kiện xác định ở mỗi chuyên luận. Phương pháp này dùng để xác định hàm lượng nước, một phần hoặc toàn bộ lượng nước kết tinh và lượng chất dễ bay hơi khác trong mẫu thử.

Việc xác định mật khối lượng do làm khô không được làm thay đổi tính chất lý hóa cơ bản của mẫu thử, vì vậy mỗi chuyên luận riêng sẽ có quy định cách làm khô theo một trong các phương pháp sau đây:

a) Trong bình hút ẩm. Tiến hành làm khô trong bình hút ẩm với những chất hút nước như phosphor pentoxyd, silica gel v.v...

b) Trong chân không. Tiến hành làm khô ở điều kiện áp suất từ 1,5 kPa đến 2,5 kPa có mặt chất hút ẩm phosphor pentoxyd và ở nhiệt độ phòng.

c) Trong chân không ở điều kiện nhiệt độ xác định. Tiến hành làm khô ở điều kiện áp suất từ 1,5 kPa đến 2,5 kPa có mặt chất hút ẩm phosphor pentoxyd và trong điều kiện nhiệt độ quy định trong chuyên luận riêng.

d) Trong tủ sấy ở điều kiện nhiệt độ xác định. Tiến hành làm khô trong tủ sấy ở điều kiện nhiệt độ quy định trong chuyên luận riêng.

e) Trong chân không hoàn toàn. Tiến hành làm khô trong điều kiện áp suất không quá 0,1 kPa có mặt chất hút ẩm phosphor pentoxyd và ở điều kiện nhiệt độ quy định trong chuyên luận riêng.

Cách tiến hành

Dùng dụng cụ dùng để sấy bằng thủy tinh rộng miệng đáy bằng có nắp mài làm bì đựng mẫu thử; làm khô bì trong thời gian 30 min theo phương pháp và điều kiện quy định trong chuyên luận rồi cân để xác định khối lượng bì. Cân ngay vào bì này một lượng chính xác mẫu thử bằng khối lượng quy định trong chuyên luận với sai số ± 10 %. Nếu không có chỉ dẫn gì đặc biệt thì lượng mẫu thử được dàn mỏng thành lớp có độ dày không quá 5 mm. Nếu mẫu thử có kích thước lớn thì phải nghiền nhanh tới kích thước dưới 2 mm trước khi cân. Tiến hành làm khô trong điều kiện quy định của chuyên luận. Nếu dùng phương pháp sấy thì nhiệt độ thực cho phép chênh lệch ± 2 °C so với nhiệt độ quy định. Sau khi sấy phải làm nguội tới nhiệt độ phòng cân trong bình hút ẩm có silica gel rồi cân ngay. Nếu chuyên luận không quy định thời gian làm khô có nghĩa là phải làm khô đến khối lượng không đổi, tức là sự chênh lệch khối lượng sau khi sấy thêm 1 h trong tủ sấy hoặc 6 h trong bình hút ẩm so với lần sấy trước đó không quá 0,5 mg.