

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
TRƯỜNG ĐẠI HỌC KHOA HỌC

NGUYỄN THỊ VÂN

**NGHIÊN CỨU PHÂN TÍCH THÀNH PHẦN
MỘT SỐ NGUYÊN TỐ TRONG VẬT LIỆU
VỎ ĐỘNG CƠ KHÍ CỤ BAY
BẰNG PHƯƠNG PHÁP VON-AMPE**

LUẬN VĂN THẠC SĨ HÓA HỌC

THÁI NGUYÊN - 2017

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
TRƯỜNG ĐẠI HỌC KHOA HỌC

NGUYỄN THỊ VÂN

**NGHIÊN CỨU PHÂN TÍCH THÀNH PHẦN
MỘT SỐ NGUYÊN TỐ TRONG VẬT LIỆU
VỎ ĐỘNG CƠ KHÍ CỤ BAY
BẰNG PHƯƠNG PHÁP VON-AMPE**

Chuyên ngành: Hóa phân tích

Mã số: 60.44.01.18

LUẬN VĂN THẠC SĨ HÓA HỌC

NGƯỜI HƯỚNG DẪN KHOA HỌC: TS. VŨ MINH THÀNH

THÁI NGUYÊN -2017

LỜI CẢM ƠN

Tác giả xin được bày tỏ lòng biết ơn chân thành tới TS.Vũ Minh Thành, người thầy đã hướng dẫn, giúp đỡ nhiệt tình trong suốt thời gian tác giả nghiên cứu, hoàn thành luận văn này.

Xin trân trọng cảm ơn các cán bộ, các thầy cô giáo Phòng đào tạo sau đại học; Khoa Hoá học, Trường Đại học Khoa học-Đại học Thái Nguyên; Phòng Hóa lý; Phòng Hóa Phân tích/Viện Hóa học-Vật liệu/Viện Khoa học và Công nghệ quân sự đã hỗ trợ trang thiết bị và hóa chất hình thành luận văn.

Cuối cùng tác giả xin cảm ơn người thân, gia đình, bạn bè đã động viên cổ vũ để hoàn thành luận văn này.

Thái Nguyên, tháng 7 năm 2017

Tác giả

Nguyễn Thị Vân

MỤC LỤC

LỜI CẢM ƠN	a
MỤC LỤC.....	b
DANH MỤC TỪ VIẾT TẮT.....	e
DANH MỤC BẢNG.....	f
DANH MỤC HÌNH	g
MỞ ĐẦU	1
Chương 1: TỔNG QUAN	3
1.1. Vật liệu dùng trong chế tạo khí cụ bay	3
1.2. Giới thiệu về Niken, Đồng, Chì, Cadimi	4
1.2.1. Niken	4
1.2.2. Đồng.....	5
1.2.3. Chì	6
1.2.4. Cadimi	8
1.3. Một số phương pháp xác định thành phần Ni, Cu, Pb, Cd	9
1.3.1. Phương pháp hóa học	9
1.3.2. Phương pháp phổ hấp thụ nguyên tử	10
1.3.3. Phương pháp trắc quang.....	10
1.3.4. Phương pháp ICP-MS	10
1.4. Phương pháp cực phổ cô điển và Von-Ampe hoà tan	11
1.4.1. Cơ sở lý thuyết phương pháp cực phổ cô điển.....	11
1.4.2. Cơ sở lý thuyết của phương pháp Von-Ampe hòa tan.....	17
1.4.3. Một số kỹ thuật ghi đường Von-Ampe hòa tan	28
1.4.4. Ưu điểm của phương pháp Von-Ampe hòa tan	29
Chương 2: THỰC NGHIỆM	31
2.1. Thiết bị, hóa chất.....	31
2.1.1. Thiết bị	31
2.1.2. Hóa chất.....	32

2.1.3. Dụng cụ	33
2.2. Kỹ thuật thực nghiệm.....	33
2.2.1. Cơ sở xây dựng một quy trình phân tích theo phương pháp Von-Ampe hòa tan	33
2.2.2. Phương pháp nghiên cứu.....	34
2.2.3. Xây dựng đường chuẩn	35
2.2.4. Giới hạn phát hiện và giới hạn định lượng của phương pháp	37
2.2.5. Phương pháp thêm chuẩn	37
2.3. Lấy mẫu và bảo quản mẫu	39
2.3.1. Phương pháp lấy mẫu.....	39
2.3.2. Đối tượng phân tích.....	39
2.3.3. Phương pháp thực nghiệm xác định hàm lượng Ni trong mẫu.....	40
2.4. Xử lý kết quả thực nghiệm.....	40
Chương 3: KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN	41
3.1. Khảo sát điều kiện tối ưu xác định niken.....	41
3.1.1. Khảo sát ảnh hưởng của chất hấp phụ đến cường độ dòng hòa tan của niken	41
3.1.2. Khảo sát ảnh hưởng của thể hấp phụ	43
3.1.3. Khảo sát ảnh hưởng của thời gian hấp phụ.....	43
3.1.4. Khảo sát ảnh hưởng của nồng độ dung dịch đệm (nền).....	44
3.1.5. Khảo sát ảnh hưởng của tốc độ quét thế	46
3.1.6. Khảo sát ảnh hưởng của biên độ xung	47
3.1.7. Khảo sát ảnh hưởng của nồng độ DMG.....	47
3.1.8. Khảo sát ảnh hưởng của coban đến kết quả xác định niken bằng phương pháp Von - Ampe hòa tan hấp phụ	48
3.1.9. Xây dựng đường chuẩn	49
3.2. Khảo sát điều kiện tối ưu xác định đồng, chì, cadimi.....	51
3.2.1. Khảo sát sơ bộ điều kiện xác định Cu^{2+} , Pb^{2+} , Cd^{2+} ..	52

3.2.2. Khảo sát ảnh hưởng của thế điện phân (E_{dp}) đến píc của Cu^{2+} , Pb^{2+} , Cd^{2+}	52
3.2.3. Khảo sát ảnh hưởng của thời gian điện phân tới tín hiệu phân tích	54
3.2.4. Khảo sát ảnh hưởng của biên độ xung tới kết quả phân tích mẫu kim loại	55
3.2.5. Khảo sát ảnh hưởng của thời gian sục N_2 tới kết quả phân tích	56
3.2.6. Lập phương trình đường chuẩn xác định đồng thời các kim loại đồng, chì, cadimi	58
3.3. Ứng dụng quy trình phân tích xác định hàm lượng Ni, Cu, Pb, Cd trong một số mẫu thu thập được	61
3.3.1. Điều kiện phá mẫu	61
3.3.2. Kết quả phân tích	61
KẾT LUẬN	632
TÀI LIỆU THAM KHẢO	643

DANH MỤC TỪ VIẾT TẮT

Ký hiệu	Nghĩa tiếng Việt
KCB	Khí cụ bay
DMG	Dimethylglyoxim
AAS	Phổ hấp thụ nguyên tử
F-AAS	Phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa
ICP-MS	Phổ khối lượng kết hợp ion cảm ứng plasma cao tần
ICP-AAS	Phổ hấp thụ nguyên tử kết hợp ion cảm ứng plasma cao tần
NNP	Cực phổ xung biến đổi đều
DPP	Cực phổ xung vi phân
DPASV	Von-Ampe hòa tan hấp thụ xung vi phân
SWV	Von-Ampe sóng vuông
RE	Điện cực tham chiếu
WE	Điện cực làm việc
AE	Điện cực hỗ trợ
HDME	Điện cực giọt thủy ngân treo
SDME	Điện cực giọt thủy ngân tĩnh
DME	Điện cực giọt rơi
MFE	Điện cực màng thủy ngân
LOD	Giới hạn phát hiện
LOQ	Giới hạn định lượng
a	Hệ số chặn của đường chuẩn
b	Hệ số góc của đường chuẩn
R	Hệ số tương quan của đường chuẩn
SD	Độ lệch chuẩn của đường chuẩn
N	Số thí nghiệm tiến hành để lập đường chuẩn
P	Độ tin cậy của phép đo

DANH MỤC BẢNG

Bảng 3.1. Kết quả khảo sát ảnh hưởng thế hấp phụ làm giàu niken.....	43
Bảng 3.2. Kết quả khảo sát ảnh hưởng của thời gian hấp phụ làm giàu niken	44
Bảng 3.1. Điều kiện kỹ thuật thực hiện phép đo khảo sát ảnh hưởng của nồng độ đệm.....	45
Bảng 3.4. Kết quả khảo sát ảnh hưởng của nồng độ đệm đến I_p	45
Bảng 3.5. Kết quả khảo sát sự phụ thuộc của I_p vào tốc độ quét thế.....	46
Bảng 3.6. Kết quả khảo sát sự phụ thuộc của I_p vào biên độ xung.....	47
Bảng 3.7. Kết quả khảo sát sự phụ thuộc của I_p vào nồng độ DMG	48
Bảng 3.8. Kết quả khảo sát ảnh hưởng của coban đến xác định niken.....	49
Bảng 3.9. Kết quả xây dựng đường chuẩn niken.....	50
Bảng 3.10. Hệ số của đường chuẩn thu được	51
Bảng 3.11. Ảnh hưởng của thế điện phân đến cường độ pic của Cu^{2+} , Pb^{2+} , Cd^{2+}	53
Bảng 3.12. Thống kê kết quả khảo sát ảnh hưởng của thời gian điện phân tới cường độ và thế xuất hiện pic.....	54
Bảng 3.13. Giá trị thế đỉnh pic và chiều cao pic của Cu^{2+} , Pb^{2+} , Cd^{2+} tại các biên độ xung khác nhau	56
Bảng 3.14. Thống kê khảo sát ảnh hưởng của thời gian sục khí	57
Bảng 3.15. Kết quả dựng đường chuẩn của các mẫu.....	59
Bảng 3.16. Các giá trị hồi quy tuyến tính cho phương trình	60
Bảng 3.17. Kết quả phân tích niken	61
Bảng 3.18. Kết quả phân tích đồng, chì, cadimi	62

DANH MỤC HÌNH

Hình 3.1. Sắc đồ Von-Ampe của niken không có DMG	41
Hình 3.2. Sắc đồ Von-Ampe của niken có xúc tác DMG.....	42
Hình 3.3. Đường biểu diễn sự phụ thuộc của I_p vào thế hấp phụ	43
Hình 3.4. Đường biểu diễn sự phụ thuộc của I_p vào thời gian hấp phụ làm giàu.....	44
Hình 3.5. Đường biểu diễn sự phụ thuộc của I_p vào nồng độ dung dịch đệm	45
Hình 3.6. Đường biểu diễn sự phụ thuộc I_p vào tốc độ quét thế.....	46
Hình 3.7. Đường biểu diễn sự phụ thuộc của I_p vào biên độ xung	47
Hình 3.8. Đường biểu diễn sự phụ thuộc I_p vào nồng độ DMG	48
Hình 3.9. Đồ thị khảo sát ảnh hưởng của coban đến xác định niken.....	49
Hình 3.10. Đường chuẩn niken	50
Hình 3.11. Kết quả đo đường chuẩn niken	51
Hình 3.12. Khảo sát sơ bộ tìm điều kiện xác định Cu^{2+} , Pb^{2+} , Cd^{2+}	52
Hình 3.13. Ảnh hưởng của thế điện phân tương ứng các kim loại: đồng, chì, cadimi.....	53
Hình 3.14. Ảnh hưởng của thời gian điện phân tới kết quả phân giải của pic, thời gian điện phân tương ứng	55
Hình 3.15. Sắc đồ Von-Ampe của quá trình khảo sát hàm lượng Cu, Pb, Cd với các giá trị biên độ xung tương ứng	56
Hình 3.16. Ảnh hưởng của thời gian sục N_2 tới tín hiệu phổ của 3 kim loại tương ứng	58
Hình 3.17. Sắc đồ Von-Ampe dựng đường chuẩn.....	59
Hình 3.18. Đường chuẩn của đồng, chì, cadimi.....	60

MỞ ĐẦU

Khí cụ bay (máy bay, thiết bị bay, thiết bị kỹ thuật quân sự...) là những thiết bị quan trọng được sử dụng rộng rãi trên thế giới. Hiện nay, nghiên cứu vật liệu và công nghệ chế tạo vật liệu sử dụng cho các khí cụ bay (KCB) là một trong những vấn đề khó và cấp thiết. Để chế tạo được hệ vật liệu này thì phân tích xác định chính xác thành phần hợp kim trong các KCB là một nội dung rất quan trọng, có vai trò lớn trong việc chế tạo thành công vật liệu này.

Khi lựa chọn vật liệu chế tạo các KCB nói chung và vỏ động cơ nói riêng, ngoài yếu tố bền nhiệt cũng cần phải tính toán đến những tính chất cơ học khác như tỷ trọng và độ bền riêng. Độ bền riêng của vật liệu càng cao, khối lượng của thiết bị bay càng nhỏ thì thời gian bay của khí cụ này càng lâu. Vật liệu dùng trong chế tạo thường là các loại hợp kim nhôm như AMg6, AMg2. Công nghệ luyện kim không thể tăng nhiệt độ nóng chảy của nhôm nhưng có thể cải tiến những tính chất cơ lý của chúng, bằng cách thêm vào đó các nguyên tố như Si, Mn, Ti, Sn, Co,... Bên cạnh đó, hợp kim thường chứa một số tạp chất không mong muốn ở hàm lượng rất thấp nhưng lại ảnh hưởng đến chất lượng của nó. Do vậy, việc phân tích để xác định chính xác thành phần tạp chất trong hợp kim chế tạo vỏ động cơ KCB có một ý nghĩa thực tiễn rất cao.

Trong phân tích định lượng các kim loại cỡ vết (ppm) hay siêu vết (ppb), phương pháp Von-Ampe hòa tan dòng một chiều là phương pháp hay được lựa chọn, bởi phương pháp này có thể xác định được nồng độ tới $10^{-8}M$. Nếu sử dụng hiệu ứng xúc tác, hấp phụ hòa tan thì độ nhạy của phương pháp có thể đạt $10^{-10}M$. Trong thực tế hiện nay, các phương pháp phân tích hiện đại được sử dụng để xác định hàm lượng rất thấp Cr, Ni, Co ... có thể sử dụng phương pháp ICP - MS hay nhiễu xạ tia X. Tuy nhiên chi phí mua và vận hành thiết bị rất cao kèm theo khó khăn về tìm mua mẫu hợp kim chuẩn. Trong khi đó, các nghiên cứu hiện nay chưa quan tâm nhiều đến việc ứng dụng phương pháp Von-