

QUẶNG THIẾC		TCVN
Phương pháp xác định hàm lượng chì		3645 — 81
Оловянная руда Метод определения содержания свинца	Tin ores. Method of the determi- nation of lead content	Có hiệu lực từ 1-7-1982

1. NGUYÊN TẮC

Chì được xác định bằng phương pháp cực phổ trong môi trường axit clohidric. Loại ảnh hưởng của các nguyên tố cản trở bằng bột sắt kim loại.

2. DỤNG CỤ VÀ HÓA CHẤT

Máy cực phổ;

Axit clohidric (1, 19) và các dung dịch (1+1), (1+3), (1+4).

Axit nitric (1, 40) và dung dịch (1+1);

Hidropeoxit, dung dịch 30% ;

Kali clorua ;

Chì kim loại hoặc chì axetat, sạch phân tích;

Bột sắt kim loại, sạch phân tích.

Gelatin dung dịch 1% : cho 1g gelatin vào cốc dung tích 250ml thêm 30—40ml nước, để yên một giờ ở nhiệt độ phòng rồi khuấy đều. Nhúng cả cốc vào nước sôi và tiếp tục khuấy đến tan hết gelatin. Thêm nước đến khi dung dịch gelatin có thể tích 100ml.

Dung dịch chì tiêu chuẩn :

a) Cân 1,8308g chì axetat vào cốc dung tích 250 ml, thêm 50ml nước, 5 ml axit clohidric,ậy cốc và đun nhẹ trong khoảng 10 phút. Để nguội và định mức tới 1000 ml bằng axit clohidric (1 + 3).

1 ml dung dịch chứa 0,001 g chì.

b) Cân 1 g chi vào cốc dung tích 250 ml, thêm 20 ml axit nitric (1+1). Đậy cốc bằng nắp kính đồng hồ và đun đến tan hết chi và tiếp tục đun dung dịch cho đến khi thu được muối ướt. Thêm 10 ml axit clohidric và đun cạn hoàn toàn. Lập lại quá trình, thêm axit clohidric và cô cạn 2 lần nữa. Cho vào cốc có chứa muối chi khô 5g natri clorua, 30 ml axit clohidric (1 + 1) và đun dung dịch trong 2 - 3 phút. Thêm 50 ml nước, đun dung dịch tới 60 — 70°C. Chuyển cẩn thận dung dịch vào bình định mức dung tích 1000 ml và định mức axit clohidric (1+3) đến vạch.

1 ml dung dịch chứa 0,001 g chi.

3. CÁCH TIẾN HÀNH

Cân chính xác từ 1—2g mẫu đã sấy khô ở 105—110°C vào cốc chịu nhiệt. Cho vào 20—25 ml axit clohidric (1, 19) và đun trong 15 phút, thêm 7—8 ml axit nitric đặc và đun tới khi thu được muối ướt. Thêm 5—7 ml axit clohidric và 2—3 giọt hidropeoxit. Đun dung dịch đến cạn khô. Lập lại quá trình cô khô với 5—7 ml axit clohidric và 2—3 giọt hidropeoxit 3—4 lần. Cho vào cốc 20 ml axit clohidric (1+1), 5g natri clorua và đun 2—3 phút. Chuyển định lượng dung dịch vào bình định mức dung tích 50 ml rồi thêm nước đến vạch. Cho bột sắt vào dung dịch cho tới khi mất màu vàng của sắt (III) clorua. Để yên dung dịch 1 giờ và lọc qua giấy lọc khô vào bình khô.

Lấy chính xác 10—15 ml dung dịch nước lọc vào hai bình định mức dung tích 50 ml. Dùng pipet hút vào một trong hai bình 2—5 ml dung dịch chỉ tiêu chuẩn. Thêm vào mỗi bình 0,5 ml dung dịch gelatin và định mức đến vạch bằng dung dịch axit clohidric (1+4), lắc đều.

Ghi đường cong cực phổ của cả hai dung dịch trên trong khoảng thế từ -0,2 đến -0,6V (so với thế anod thủy ngân).

1. TÍNH KẾT QUẢ

4.1. Hàm lượng chi (X) tính bằng phần trăm theo công thức:

$$X = \frac{I \cdot G_1}{(H_1 - I)G} \cdot 100,$$

trong đó:

H — chiều cao sóng của dung dịch mẫu, tính bằng mm ;

H_1 — chiều cao sóng của dung dịch cho thêm dung dịch chỉ tiêu chuẩn, tính bằng mm ;

G_1 — khối lượng chỉ có trong thể tích dung dịch chỉ tiêu chuẩn cho thêm, tính bằng g ;

G — lượng cân mẫu, tính bằng g .

4.2. Độ chính xác của phương pháp

Hàm lượng chỉ, %	Độ lệch cho phép, %
Từ 0,025 đến 0,050	0,030
Lớn hơn 0,050 » 0,100	0,035
» 0,100 » 0,250	0,040
» 0,250 » 0,500	0,050
» 0,500	0,055