

QUẶNG THIẾC		TCVN
Phương pháp xác định hàm lượng bitmut		3643 - 81
Оловянная руда Метод определения содержания висмута	Tin ores. Method for the deter- mination of bismuth content	Có hiệu lực từ 1-7-1982

1. NGUYÊN TẮC

Hàm lượng bitmut được xác định bằng phương pháp so màu với thiourè. Ảnh hưởng của các nguyên tố đi cùng được loại trừ bằng cách kết tủa với amoni hidroxit.

2. DỤNG CỤ VÀ HÓA CHẤT

Máy đo màu thích hợp

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

Axit sunfuric (1,81) và dung dịch (1+1);

Axit photphoric (1,69);

Axit tartic, dung dịch 20% ;

Amoni hidroxit, dung dịch 25% và (1+20);

Thioure, dung dịch 8% ;

Sắt (III) sunfat, dung dịch 1% ;

Dung dịch bitmut tiêu chuẩn ;

Dung dịch A: cho 0,5 g bitmut kim loại sạch phân tích vào cốc 250 ml. Thêm 200 ml dung dịch axit nitric (1+1). Đun sôi đến bốc hết khí nitơ axít và nitơ dioxít. Làm lạnh, chuyển sang bình định mức 1000 ml. Thêm nước đến vạch ;

1 ml dung dịch chứa 0,5 mg bitmut.

Dung dịch B:

Lấy 100 ml dung dịch A vào bình định mức 500 ml. Thêm 10 ml axit nitric và định mức bằng nước tới vạch.

1 ml dung dịch B chứa 0,1 mg bitmut.

Dung dịch C:

Lấy 50 ml dung dịch B vào bình định mức 500 ml. Thêm 10 ml axit nitric. Định mức bằng nước tới vạch.

1 ml dung dịch C chứa 0,01 mg bitmut.

3. CÁCH TIẾN HÀNH

Cân 2g mẫu vào cốc dung tích 250 ml. Thêm 50 ml axit nitric (1+1) và 10 ml axit sunfuric (1+1). Đun sôi dung dịch đến khi bốc mạnh khói trắng của anhidric sunfuric ra. Để nguội. Cho vào 10 ml axit nitric (1+1) và thêm nước đến khoảng 100 ml. Đun sôi dung dịch 5—10 phút. Làm nguội. Thêm từ từ dung dịch amoni hydroxit (1+1) đến xuất hiện kết tủa rồi cho thêm dư 5 ml chính dung dịch đó nữa. Để ở chỗ ấm 15—20 phút cho lắng kết tủa. Lọc qua giấy lọc băng đỏ.

Rửa kết tủa 3—4 lần bằng dung dịch amoni hidroxit (1+20) nóng.

Chuyển kết tủa và giấy lọc vào cốc đã dùng để kết tủa. Thêm 50 ml axit nitric (1+1).

Đun cho tan hết kết tủa. Để nguội và thêm 10 ml axit tatric, 10 ml axit photphoric. Chuyển dung dịch vào bình định mức 250 ml và thêm nước đến vạch. Lọc qua giấy lọc băng vàng. Bỏ đi phần nước lọc đầu tiên. Dùng pipét lấy 50 ml nước lọc vào bình định mức 100 ml. Thêm dung dịch thioure 8% đến vạch mức. Sau 15 phút đo mật độ quang của dung dịch ở bước sóng 460 nm.

Dung dịch so sánh là dung dịch có các thành phần giống dung dịch đo trừ bitmut.

4. XÂY DỰNG ĐƯỜNG CHUẨN

4.1. Khi lượng bitmut nhỏ hơn 0,05% :

Cho vào các bình định mức dung tích 100 ml những lượng dung dịch C sau :

0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 4,0; 6,0; 10,0; và 15,0 ml. Thêm vào mỗi bình 10 ml dung dịch axit nitric (1+1), 2 ml dung dịch sắt (III) sunfat, 15 ml nước, 2 ml axit tatric và 2 ml axit photphoric.

Lắc, rồi thêm vào mỗi bình 50 ml dung dịch thioure. Định mức bằng nước đến vạch.

Sau 15 phút đo mật độ quang của các dung dịch ở bước sóng 460 nm.

4.2. Khi lượng bitmut lớn hơn 0,05%

Lấy vào các bình định mức 100 ml những lượng 0; 1; 2; 3; 5; 7; và 10 ml dung dịch B.

Sau đó cũng tiến hành thí nghiệm như đã ghi ở điều 4.1.

5. TÍNH KẾT QUẢ

5.1. Hàm lượng bitmut (X) tính bằng phần trăm theo công thức:

$$X = \frac{G_1 \cdot 100}{G}$$

trong đó:

G_1 — lượng bitmut trong mẫu tìm được theo đường chuẩn tính bằng g;

G — Lượng mẫu cần, tính bằng g

5.2. Độ chính xác của phương pháp

Hàm lượng bitmut, %				Độ lệch cho phép %	
	Từ	0,03	đến	0,05	0,02
	Lớn hơn	0,05	»	0,10	0,03
	»	0,10	»	0,50	0,04
	»	0,50	»	1,00	0,08
	»	1,00	»	5,00	0,10