

QUẶNG THIẾC		TCVN 3641 — 81
Phương pháp xác định hàm lượng silic dioxit		
Оловянная руда Метод определения содержания двуокиси кремния	Tin ores. Method for the deter- mination of silicon dioxide content	Có hiệu lực từ 1-7-1982

1. NGUYÊN TẮC

Mẫu được phân hủy bằng cách nung chảy với kali hydroxit rồi hòa tan trong nước. Kết tủa axit silixic được nung và xử lý với axit flohydric. Khối lượng mẫu mất đi sau khi xử lý với axit flohydric tương ứng với lượng silic có trong mẫu.

2. DỤNG CỤ VÀ HÓA CHẤT

Lò nung;
Chén niken;
Chén bạch kim;
Kali hydroxit, tinh thể;
Axit clohydric (1,19) và các dung dịch 5%, (1 + 5);
Axit flohydric (1,70);
Axit sunfuric (1,84);
Gelatin.

3. TIẾN HÀNH THỬ

Nung chảy 4 g kali hydroxit trong chén niken. Tráng đều chén, cho 0,5 g mẫu vào rồi thêm 4 g kali hydroxit đã đuổi hết nước. Nung chảy mẫu trong lò điện ở nhiệt độ khoảng 700°C trong 30 — 40 phút. Lấy chén ra để nguội. Cho toàn bộ mẫu kể cả nước rửa nắp chén vào cốc chịu nhiệt. Tráng mẫu trong chén bằng nước nóng. Thêm từ từ axit clohydric đặc vào cốc tới tan hoàn toàn (khoảng 30 ml). Cô cạn dung dịch trên bếp cách cát. Trong khi cô, thỉnh thoảng khuấy đều. Dầm nhỏ kết tủa. Để nguội, thêm tiếp 20 — 30 ml axit clohydric đặc rồi lại cô cạn. Lặp lại quá trình

cô từ chỗ cho từ từ axit clohydric đặc vào cốc ba lần. Thêm 40 ml axit clohydric (1 + 5) 10 ml gelatin, khuấy đều và đun nhẹ trên bếp cách cát (tránh sôi). Tiếp tục khuấy cho các muối tan hết. Lọc dung dịch qua giấy lọc băng xanh. Rửa kết tủa axit silixic tách ra bằng dung dịch axit clohydric 5% nóng rồi bằng nước nóng đến hết ion clorua (thử bằng bạc nitrat) (6 - 7 lần). Thêm một ít nước nóng vào dung dịch lọc cho tan hết muối, sau đó tiếp tục cô cạn để tách axit silixic. Lặp lại quá trình lọc và rửa như trên rồi nhập kết tủa mới thu được vào phần kết tủa trước. Chuyển kết tủa vào chén platin. Giữ lại phần dung dịch lọc (dung dịch I). Sấy khô kết tủa và nung trong chén platin ở nhiệt độ 1000 - 1100°C trong 1 giờ. Lấy ra, để nguội trong bình hút ẩm và cân. Nung lại ở nhiệt độ đó trong 15 phút và cân. Lặp lại quá trình nung 15 phút và cân đến khối lượng không đổi. Tầm ướt kết tủa bằng vài giọt nước cất, thêm 2 - 3 giọt axit sunfuric đặc, 15 ml axit flohydric rồi đun trên bếp cách cát cho đến khô, lại thêm 5 ml axit flohydric rồi đun trên bếp cách cát cho đến khô. Nung chén platin với kết tủa còn lại ở nhiệt độ 1000 - 1100°C trong khoảng nửa giờ; để nguội trong bình hút ẩm và cân. Lặp lại quá trình nung và cân cho đến khối lượng không đổi.

Nung chảy phần cặn sau khi đã đuổi silic dioxit bằng 1 - 3 g kali cacbonat trong chén bạch kim. Lấy ra bằng nước và trung hòa bằng axit clohydric. Gộp dung dịch nhận được với dung dịch I, định mức đến 500 ml thành dung dịch II để xác định nhôm, canxi và magie.

4. TÍNH KẾT QUẢ

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

$$X = \frac{G_1 - G_2}{G} \cdot 100$$

trong đó:

G_1 - khối lượng chén platin có chứa silic dioxit trước khi xử lý với axit flohydric, tính bằng g;

G_2 - khối lượng chén platin chứa silic dioxit sau khi xử lý với axit flohydric, tính bằng g.

G - Lượng cân mẫu, tính bằng g.

4.2. Độ chính xác của phương pháp

Hàm lượng silic.dioxit, %	Độ lệch cho phép, %
Từ 1 đến 5	0,20
Lớn hơn 5 » 20	0,30
» 20	0,50