

QUẶNG THIẾC		TCVN
Phương pháp xác định hàm lượng zeconi dioxit		3720 — 82
Оловянная руда	Tin ores.	Có hiệu lực từ 1-7-1983
Метод определения содержания двуокиси циркония	Method for the deter- mination of zirconium dioxide content	

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp phân tích hóa học xác định hàm lượng zeconi dioxit trong quặng thiếc không chứa các nguyên tố phóng xạ. Khi tiến hành phân tích nhất thiết phải tuân theo những quy định chung cho các phương pháp phân tích hóa học ghi trong TCVN 3636 — 81.

1. NGUYÊN TẮC

Hàm lượng zeconi dioxit được xác định bằng phương pháp đo màu phức chất màu tím xanh tạo thành giữa ion zeconil và thuốc thử asenazoIII trong môi trường axit clohydric 2N.

2. HÓA CHẤT VÀ DỤNG CỤ

Natri cacbonat khan;

Natri tetraborat khan;

Hỗn hợp nung mẫu natri cacbonat và natritetraborat tỷ lệ 3:2.

Hỗn hợp được nghiền mịn trong cối sứ.

Axit clohydric, dung dịch 2N và 5N;

Gelatin, dung dịch 1%;

Asenazo III, dung dịch 0,1%: hòa tan 0,1 g thuốc thử vào 70 ml nước nóng, khi thuốc thử tan hoàn toàn thêm 15 ml axit clohydric 2N rồi định mức bằng nước đến thể tích 100 ml.

Zeconi oxy clorua ngậm 8 phân tử nước.

Dung dịch tiêu chuẩn zeconi dioxit A: hòa tan 0,1305 g zeconi oxiclорua vào axit clohydric 5N. Sau khi zeconi oxiclорua đến tan hết, định mức đến 100 ml bằng axit clohydric 5N.

1 ml dung dịch A chứa 50 μ g zeconi dioxit.

Dung dịch tiêu chuẩn zeconi dioxit B: hút 10 ml dung dịch A, pha loãng bằng axit clohydric 2N trong bình định mức đến vạch 100 ml.

1 ml dung dịch B chứa 5 μ g zeconi dioxit. Dung dịch B chỉ pha trước khi dùng.

Bát (chén) platin:

Lò nung:

Máy đo màu quang điện.

3. CÁCH TIẾN HÀNH

Trộn đều 0,1000–0,5000 g mẫu với 5g hỗn hợp, nung mẫu trong bát (chén) platin. Nung chảy mẫu trong lò ở nhiệt độ 900° C. Sau 15 phút lấy bát (chén) ra khỏi lò, xoay đều bát (chén) để hỗn hợp nóng chảy láng đều trên thành bát (chén). Chuyển mẫu vào cốc 500 ml chứa sẵn nước nóng. Đun cốc chứa mẫu trên bếp điện để mẫu nhanh tan.

Lấy và tráng bát (chén) platin bằng nước nóng. Để yên 10 phút cho kết tủa đông tụ tốt hơn, sau đó lọc và rửa kết tủa bằng nước nóng.

Hòa tan kết tủa và bình định mức 100 ml bằng axit clohydric nóng 2N. Định mức đến vạch bằng axit trên.

Hút ra từ 2 đến 25 ml dung dịch trên (sao cho trong lượng hút có chứa từ 5 – 25 Mg zeconi dioxit) cho vào cốc 250 ml đun đến sôi. Làm lạnh đến nhiệt độ phòng, chuyển dung dịch vào bình định mức 50 ml. Thêm vào dung dịch 3 ml gelatin, lắc đều, thêm 1 ml dung dịch asenazo III, lắc đều và định mức bằng axit clohydric 2N đến vạch.

Đo mật độ quang với kính lọc có bước ống hấp thụ cực đại $\lambda_{max} = 665 \text{ nm}$ với cuvet có chiều dày 30 mm

Dùng dung dịch không chứa zeconi dioxit làm dung dịch so sánh.

4. XÂY DỰNG ĐƯỜNG CHUẨN

Hút vào 6 bình định mức 50 ml những lượng dung dịch tiêu chuẩn B như sau: 0, 1, 2, 3, 4, và 5 ml.

Sau đó thêm vào mỗi bình 3 ml gelatin 1%, 1 ml dung dịch asenazo III, định mức đến vạch bằng axit clohydric 2N rồi đem đo màu.

Dùng dung dịch không chứa zeconi dioxit làm dung dịch so sánh.

5. TÍNH KẾT QUẢ

5.1 Hàm lượng zeconi dioxit (X) tính bằng phần trăm theo công thức:

$$X = \frac{a \cdot V_1 \cdot 100}{G \cdot V_2}$$

Trong đó:

a -- khối lượng zeconi dioxit tìm thấy trên đường chuẩn tính bằng μ .

G -- khối lượng mẫu thử, tính bằng g;

V_2 -- thể tích dung dịch hút ra để làm mẫu tính bằng ml;

V_1 -- thể tích dung dịch định mức ban đầu, tính bằng ml.

5.2. Độ chính xác của phương pháp

Hàm lượng zeconi dioxit, %	Độ lệch cho phép, %
Từ 0,01 đến 0,05	0,004
lớn hơn 0,05 -- 0,10	0,010
— 0,10 — 0,50	0,020
— 0,50 — 1,00	0,050