

QUẶNG THIẾC		TCVN
Phương pháp xác định hàm lượng thiếc		3638 — 81
Оловянная руда Метод определения содержания олова	Tin ores. Method for the deter- mination of tin content	Có hiệu lực từ 1-7-1982

1. NGUYÊN TẮC

Phương pháp dựa trên việc chuẩn độ thiếc bằng iot sau khi đã khử thiếc bằng chì kim loại trong môi trường axit clohidric.

2. HÓA CHẤT

Axit clohidric (1,19) và dung dịch (1 + 1);

Hỗn hợp natri peoxit và natri cacbonat tỷ lệ 3 + 1;

Bột sắt, sạch phân tích;

Chì kim loại (dạng thỏi hoặc miếng) sạch phân tích;

Coban clorua, dung dịch 1%;

Gelatin, dung dịch 1% mới pha: cho 1g gelatin hạt vào cốc, thêm 30 — 40 ml nước khuấy đều, để 1 giờ ở nhiệt độ phòng. Sau đó đun dung dịch đến sôi, khuấy liên tục. Thêm nước đến thể tích 100 ml.

Amoniac (0,90);

Khí cacbonic;

Kali iodua;

Hồ tinh bột, dung dịch 0,5%;

Natri silicat, dung dịch 4%;

Dung dịch iot 0,05N: cân chính xác 6,350g iot đã tinh chế bằng phương pháp thăng hoa vào bình định mức mẫu dung tích 1000 ml có chứa sẵn 15g kali iodua, hòa tan trong 30 ml nước. Lắc đều đến tan và định mức đến vạch bằng nước.

Nồng độ nguyên chuẩn của dung dịch iot được xác định bằng natri thiosunfat, còn độ chuẩn của dung dịch natri thiosunfat

được xác định bằng cách chuẩn với dung dịch kali bicromat có nồng độ chính xác.

3. CÁCH TIẾN HÀNH

Cân chính xác một lượng mẫu quặng trong khoảng từ 1 đến 2,5 g vào chén sắt. Trộn đều với một lượng hỗn hợp (3 + 1) của natri peoxit và natri cacbonat. Nung chảy mẫu trong lò điện lúc đầu ở 400 — 500° C và sau đó ở 700° C trong vòng 30 phút. Chuyển chén sắt cùng chất nung chảy vào cốc có nắp dung tích 600 ml đã chứa sẵn 200 ml nước. Lấy cẩn thận hỗn hợp nóng chảy vào cốc. Tráng rửa chén sắt bằng nước. Thêm từ từ axit clohidric (1,19) vào cốc cho tới tan kết tủa. Thêm tiếp 50 ml axit clohidric (1,19) vào và chuyển toàn bộ dung dịch vào bình định mức 500ml. Cho từ từ vào dung dịch 5 g bột sắt. Trong khi cho lắc liên tục. Phản ứng khử kết thúc khi các kim loại lắng xuống. Làm lạnh dung dịch bằng dòng nước chảy. Định mức bằng nước tới vạch và lắc đều, lọc dung dịch qua giấy lọc băng xanh khô vào bình khô. Bỏ những phần nước lọc đầu tiên.

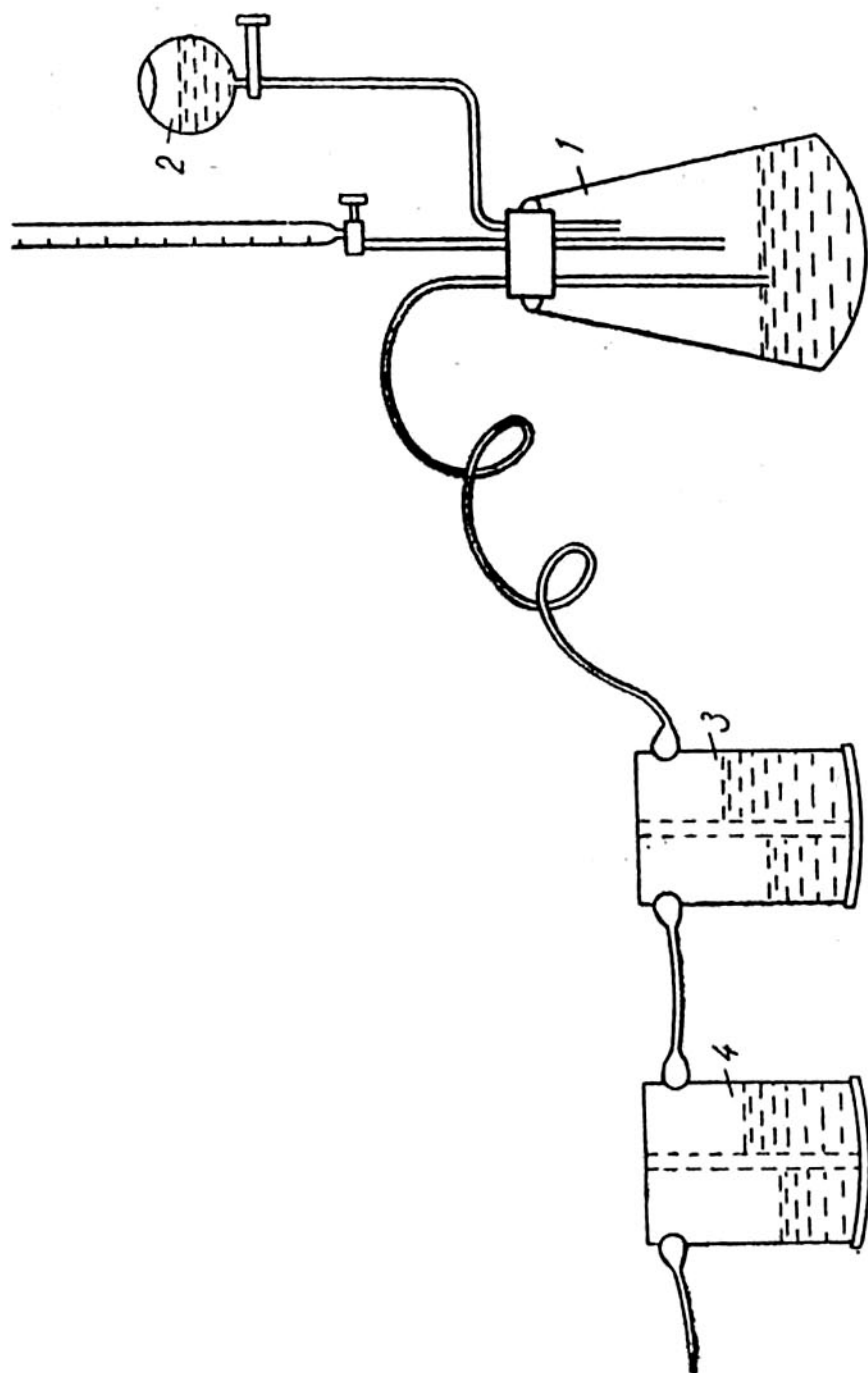
Lấy chính xác 200 ml dung dịch đã lọc vào cốc dung tích 500 ml. Trung hòa từ từ dung dịch bằng amoniac tới khi xuất hiện kết tủa. Hòa tan ngay những kết tủa đó bằng một lượng tối thiểu axit clohidric (1 + 1). Thêm 10 ml dung dịch gelatin, 10 ml dung dịch natri silicat, lắc và để yên ở nhiệt độ 60 — 70° C cho đến huyền phù hoàn toàn. Khuấy cốc liên tục bằng đũa thủy tinh. Lọc qua giấy lọc băng xanh. Rửa kết tủa 4 — 5 lần bằng axit clohidric (1,19). Chuyển định lượng nước lọc và nước rửa vào bình định mức 250 ml và định mức tới vạch bằng nước. Lấy chính xác 100 ml dung dịch vào bình nón dung tích 500 ml. Đun sôi dung dịch. Thêm axit clohidric (1,19) cho tới khi nồng độ axit của dung dịch là 30 % theo thể tích.

Cho từ từ 10 g chỉ miếng vào dung dịch và đậy bình bằng nút có dẫn khí carbonic (hình 1).

Đun từ từ dung dịch đến sôi trong vòng 40 — 50 phút.

Làm lạnh dung dịch đến nhiệt độ phòng. Mở nút và cho nhanh vào dung dịch vài ml dung dịch hồ tinh bột 0,5 % và 0,5 g

kali iodua, chuẩn độ dung dịch bằng dung dịch iot cho đến khi xuất hiện màu xanh tím.



Hình 1.

- 1 - Bình nón chuẩn
- 2 - Phiếu
- 3 - Bình dung dịch H₂SO₄
- 4 - Bình dung dịch CuSO₄

4. TÍNH KẾT QUẢ

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

$$X = \frac{V \cdot T}{G} \cdot \frac{500}{200} \times \frac{250}{100} \times 100,$$

trong đó:

500 — thể tích dung dịch mẫu, tính bằng ml;

250 — thể tích dung dịch lấy để định mức sau khi lọc, tính bằng ml;

200 — thể tích dung dịch đã lọc được lấy để phân tích, tính bằng ml;

100 — thể tích dung dịch lấy để chuẩn độ, tính bằng ml;

V — lượng dung dịch iot đã tiêu tốn cho việc chuẩn độ, tính bằng ml;

T — độ chuẩn của dung dịch iot tính bằng số gam thiếc trong 1 ml dung dịch;

G — lượng cân mẫu, tính bằng g.

4.2. Độ chính xác của phương pháp

Hàm lượng thiếc, %	Độ lệch cho phép, %
Từ 1 đến 2	0,15
Lớn hơn 2 đến 5	0,20
» 5 » 10	0,25
» 10 » 20	0,30
» 20 » 30	0,40
» 30 » 50	0,50