

QUẶNG SẮT		TCVN:
Phương pháp xác định hàm lượng đồng		1676 - 86
Руды железные Метод определения содержания меди	Iron ores Method for determina- tion of copper content	Có hiệu lực từ 1-7-1987

Tiêu chuẩn này thay thế cho TCVN 1676 - 75

Tiêu chuẩn này áp dụng cho quặng sắt có hàm lượng đồng đến 0,4%.

1. NGUYÊN TẮC CỦA PHƯƠNG PHÁP

Tách đồng khỏi các nguyên tố khác bằng cách chiết nó bằng chỉ dietylditiocacamat trong clorofom. So màu xác định phức đồng dietylditiocacamat ở bước sóng 430 nm.

2. QUY ĐỊNH CHUNG

2.1. Mẫu để xác định hàm lượng đồng được chuẩn bị theo TCVN 1664 - 86.

2.2. Nước cất dùng trong tiêu chuẩn này phải phù hợp với TCVN 2117 - 77.

2.3. Các thuốc thử dùng trong tiêu chuẩn phải là loại «TKHH» hoặc «TKPT».

3. THIẾT BỊ VÀ DUNG DỊCH

Cân phân tích có độ chính xác đến 0,0002 g;

Máy so màu quang điện;

Amoniac, dung dịch 1:1;

Axit clohidric đặc và dung dịch 1:10;

Axit sunfuric, dung dịch 1:1;

Axit flohidric;

Axit nitric đặc và dung dịch 1 : 1 ;
 Axit tacric, dung dịch 200 g/l ;
 Kali pirosunfat ;
 Kali hidroxit, dung dịch 200 g/l ;
 Kali xianua, dung dịch 100 g/l ;
 Phenolptalein, dung dịch 1% trong rượu etylic ;
 Cresol đỏ, dung dịch 1% trong rượu etylic ;
 Natri dietylditiocacamat ;
 Clorofom ;
 Đồng kim loại ;
 Phễu chiết 1 lít ;
 Chì axetat

Dung dịch chiết : hòa tan 0,2g chì axetat trong 150 ml nước, thêm 3 - 4 giọt axit axetic, 10 ml dung dịch kali natri tetrat và trung hòa bằng dung dịch kali hydroxit đến chuyển màu chỉ thị phenolptalein. Chuyển dung dịch vào phễu chiết, thêm 10 ml dung dịch kali xianua, 0,25g natri dietylditiocacamat và 500 ml clorofom. Đậy nắp, lắc phễu chiết trong vòng 1 - 2 phút và để yên cho phân lớp. Bỏ lớp nước, thêm vào 100 ml nước, lắc trong thời gian 1 - 2 phút, để yên cho phân lớp và bỏ lớp nước. Lặp lại quá trình rửa 1 - 2 lần nữa, sau đó lọc lớp clorofom qua giấy lọc để loại hết nước. Thêm clorofom đến 2 lít và bảo quản dung dịch trong bình thủy tinh màu tối.

Dung dịch chuẩn đồng :

Dung dịch A : hòa tan 0,1 g đồng trong 20 ml dung dịch axit nitric 1 : 1. Đun sôi dung dịch cho tan hết đồng kim loại, sau đó cho thêm 50 ml nước và lại đun sôi để đuổi nito oxit. Để nguội, chuyển dung dịch vào bình định mức dung tích 1 lít, định mức bằng nước và lắc đều, 1 ml dung dịch chứa 0,0001g đồng.

Dung dịch B : lấy 100 ml dung dịch A vào bình định mức dung tích 500 ml, định mức bằng nước và lắc đều, 1 ml dung dịch B chứa 0,02 mg đồng.

4. CÁCH TIẾN HÀNH

4.1. Cân 1g mẫu vào cốc dung tích 250 ml, thêm 10 axit nitric, 30 ml axit clohidric và cô dung dịch đến khô. Để nguội, thêm

10 ml axit clohidric, 50 ml nước nóng và đun nhẹ cho tan hết muối kết tinh. Lọc dung dịch qua giấy lọc mịn (băng xanh), rửa cặn và giấy lọc 5 - 6 lần bằng dung dịch axit clohidric 1:100 nóng, 4 - 5 lần bằng nước nóng. Dung dịch được giữ lại (dung dịch A).

Cặn và giấy lọc được cho vào chén platin, sấy khô và nung nóng đến 500°C. Để nguội chén, thêm vào chén 2 - 3 giọt dung dịch axit sunfuric 1:1, 5 - 10 ml axit flohidric và cô đến khô. Thêm vào chén 2g kali pirosunfat và nung ở 700 - 750°C trong thời gian 15 phút. Để nguội, lấy khối nung chảy ra khỏi chén vào cốc dung tích 250 ml, thêm 50 ml nước nóng, vài giọt axit clohidric và đun nhẹ cho tan hết khối nung chảy. Để nguội, gộp với dung dịch A và chuyển vào bình định mức dung tích 100 ml (nếu cần đem cô trước khi chuyển), định mức bằng nước và lắc đều. Tùy theo hàm lượng đồng, lấy một phần dung dịch để phân tích như ở bảng 1:

Bảng 1

Hàm lượng đồng, %	Thể tích dung dịch để phân tích, ml	Khối lượng mẫu tương ứng, g
Đến 0,10	20	0,20
Trên 0,10 đến 0,20	10	0,10
Trên 0,20 đến 0,40	5	0,05

Lấy dung dịch phân tích vào cốc dung tích 100 ml, thêm nước đến khoảng 20 ml. Lần lượt thêm 10 ml dung dịch kali-natri tetraxat, 1 - 2 giọt dung dịch cresol đỏ, trung hòa bằng dung dịch amoniac 1:1 đến chuyển màu dung dịch sang tím hồng và cho dư 10 ml nữa. Chuyển dung dịch vào phễu chiết dung tích 250 ml. Tiếp tục cho vào dung dịch 10 ml dung dịch chiết, lặp lại quá trình chiết một lần nữa và gộp lớp chiết vào bình định mức. Định mức bằng clorofom và lắc đều. Đo mật độ quang của dung dịch ở bước sóng 430 nm (nếu đục thì lọc dung dịch trước khi đo), dung dịch so sánh là clorofom.

4.2. Xây dựng đường chuẩn:

Lấy vào cốc dung tích 100 ml lần lượt 0,0; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 và 10 ml dung dịch chuẩn B và thêm nước đến 20 ml. Thêm

vào mỗi cốc 10 ml dung dịch axit tactic và 10 ml dung dịch amoniac 1:1. Chuyển dung dịch vào phễu chiết và tiếp tục tiến hành như điều 4.1.

5. TÍNH KẾT QUẢ

5.1. Hàm lượng đồng (X) theo phần trăm khối lượng được tính theo công thức sau:

$$X = \frac{m_1 \cdot K \cdot 100}{m \cdot 100}$$

trong đó:

- m_1 — khối lượng đồng trong mẫu, suy ra từ đường chuẩn, mg;
- m — khối lượng mẫu tương ứng với phần dung dịch đem phân tích, g;
- K — Hệ số chuyển quang sang quang khô, tính theo công thức:

$$K = \frac{100}{100 - W}$$

trong đó:

- W — Độ ẩm của mẫu, % xác định theo tiêu chuẩn TCVN1666 - 86.

5.2. Sai lệch kết quả giữa hai lần xác định song song, khi độ tin cậy $p=0,95$, không được vượt quá các giá trị nêu trong bảng 2.

%

Bảng 2

Hàm lượng đồng	Sai lệch cho phép
Từ 0,005 đến 0,01	0,003
Trên 0,01 đến 0,015	0,005
Trên 0,015 đến 0,025	0,007
Trên 0,025 đến 0,05	0,01
Trên 0,05 đến 0,10	0,015
Trên 0,10 đến 0,20	0,02
Trên 0,2 đến 0,4	0,03