

QUẶNG THIẾC		TCVN
Phương pháp xác định hàm lượng antimon		3644 — 81
Оловинная руда Метод определения содержания сурьмы	Tin ores. Method for the deter- mination of stibium content	Có hiệu lực từ 1-7-1982

1. NGUYÊN TẮC

Phương pháp dựa trên việc đo màu phức antimon (V) với brilliant xanh ở bước sóng 542nm sau khi đã được làm giàu bằng cách chiết với toluen hoặc benzen, Ion antimon hóa trị III trong môi trường axit clohydric đủ mạnh (khoảng 7—9 N) được chuyển lên dạng hóa trị V dưới dạng $SbCl_6$ bằng natri nitril.

2. HÓA CHẤT VÀ DỤNG CỤ

Máy đo màu thích hợp ;

Axit nitric (1,41) ;

Axit sunfuric (1,84) và dung dịch (1 + 1), (1 + 3), (2 + 25) ;

Axit clohydric (3 + 1) và (1 + 50) ;

Thiếc (II) clorua, dung dịch 100g/l trong axit clohydric (3+1) ;

Natri nitril, dung dịch 100 g/l trong nước ; mới pha ;

Sắt (III) clorua, dung dịch 100 g/l trong axit clohydric (3+1) ;

Dung dịch urê bão hòa ;

Toluen (hoặc benzen) ;

Brilian xanh dung dịch 0,2% trong nước ;

Antimon kim loại tinh khiết bán dẫn ;

Dung dịch chuẩn antimon ;

Dung dịch A: cân 0,1g antimon kim loại tinh khiết bán dẫn vào cốc dung tích 100 ml. Thêm 20 ml axit sunfuric và đun. Sau khi tan hết, thêm khoảng 20 ml nước rồi chuyển vào bình định mức dung tích 1000 ml. Định mức đến vạch bằng axit sunfuric (2 + 25) ;

1 ml dung dịch chứa 0,0001g antimon ;

Dung dịch B: dùng pipét hút 25 ml dung dịch A vào bình định mức dung tích 250 ml. Thêm axit sunfuric (1 + 3) đến vạch mức (chỉ dùng dung dịch mới pha);

1 ml dung dịch chứa 0,00001 g antimon.

3. CÁCH TIỀN HÀNH

Cân 1 g mẫu vào cốc dung tích 250 ml. Thêm 15 ml axit nitric và 5 ml axit sunfuric (1 + 1). Đun đến bốc mạnh khói trắng anhydric sunfuric. Làm lạnh. Thêm 5 - 6 ml nước. Khuấy đều và tiếp tục đun đến bốc khói trắng. Làm lạnh, thêm 20 ml axit sunfuric (1 + 3). Đun rất nhẹ (tránh sôi) trong vài phút. Làm lạnh rồi chuyển dung dịch vào bình định mức dung tích 100 ml. Tráng cốc bằng axit clohydric (3 + 1) và định mức đến vạch bằng chính axit này. Lọc dung dịch bằng giấy lọc bằng xanh khô vào một bình cổ cao có nút nhỏ (tránh axit bay hơi). Lấy một lượng thích hợp dung dịch mẫu vào cốc dung tích 100 ml theo bảng 1.

Bảng 1

Hàm lượng antimon, %		Lượng dung dịch cần lấy, ml
Từ 0,002 đến	0,050	10,0
Lớn hơn	0,050 »	5,0
»	0,120 »	2,0

Nếu lượng dung dịch mẫu lấy để phân tích là 2 ml thì phải thêm vào đó 3 ml axit clohydric (3 + 1). Thêm từng giọt dung dịch thiếc (II) clorua vào dung dịch mẫu cho đến khi mất màu vàng của sắt (III). Cho vào 1 ml dung dịch natri nitrit. Lắc đều. Để yên trong 5 phút. Pha loãng gấp đôi bằng nước cất. Thêm 1 ml dung dịch urê, lắc trong khoảng 15 giây và chuyển nhanh dung dịch vào phễu chiết thể tích 125 ml. Thêm nước cất cho đến 100 ml nếu lượng dung dịch mẫu lấy để phân tích là 10 ml và 50 ml nếu dung dịch mẫu lấy để phân tích là 5 ml (hoặc 2 ml). Cho vào 0,6 ml dung dịch brilliant xanh và 10 ml toluen. Đậy nút và lắc chiết trong khoảng 1 phút. Sau khi đã tách lớp lấy riêng phần nước. Lại thêm 10 ml toluen vào phần nước và lắc chiết

một lần nữa. Tất cả hai phần hữu cơ cho vào bình định mức 25 ml khô, sạch và định mức tới vạch bằng toluen.

Sau 10 phút đo mật độ quang của dung dịch ở bước sóng 642 mm với cuvet có chiều dày thích hợp.

Dùng dịch so sánh là toluen sạch.

1. XÂY DỰNG ĐƯỜNG CHUẨN

Lấy vào cốc dung tích 50 ml lần lượt 0,1; 0,2; 0,3; 0,5; 0,7; 1; 1,2 và 1,5 ml dung dịch B. Thêm axit clohydric (3 + 1) cho đến 5 ml và tiếp tục tiến hành thí nghiệm như đã ghi ở điều 3.

5. TÍNH KẾT QUẢ

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

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

trong đó:

G_1 - lượng antimon tìm được theo đường chuẩn, tính bằng g;

G - lượng cân mẫu tương ứng với lượng mẫu trong dung dịch lấy phân tích.

5.2. Độ chính xác của phương pháp

Bảng 2

Hàm lượng antimon, ‰			Độ lệch cho phép, %
		Đến 0,01	0,003
lớn hơn	0,01	đến 0,05	0,006
»	0,05	» 0,10	0,015
»	0,10	» 0,20	0,030
»	0,20		0,050