

QUẶNG THIẾC		TCVN
Phương pháp xác định hàm lượng asen		3642 — 81
Оловянная руда Метод определения содержания мышьяка	Tin ores. Method for the deter- mination of arsenic content	Có hiệu lực từ 1-7-1982

1. NGUYÊN TẮC

Sau khi cất tách ở dạng asen (III) clorua ra khỏi các nguyên tố cản trở asen được xác định bằng phương pháp đo màu dưới dạng xanh molipden.

2. DỤNG CỤ VÀ HÓA CHẤT

Máy đo màu thích hợp;

Bộ dụng cụ cất bằng thủy tinh gồm:

Bình cất dung tích 250 ml

Phễu chiết để thả dung dịch

Axit nitric (1,40);

Axit clohydric (1,19) và dung dịch (1 + 3);

Axit sunfuric dung dịch (1 + 1);

Natri hydroxit dung dịch 10%;

Hydro peoxit 20%;

Amoni molipdat, dung dịch 1% trong axit sunfuric 6N;

Hydrazin sunfat, dung dịch 0,15%;

Kali bromua;

Đá bọt (xử lý với axit clohydric);

Dung dịch asen tiêu chuẩn I: cân 0,132 g asen (III) oxit vào cốc dung tích 50 — 100 ml, thêm 10 ml natri hydroxit đun nóng tới tan hoàn toàn và định mức bằng nước tới 500 ml;

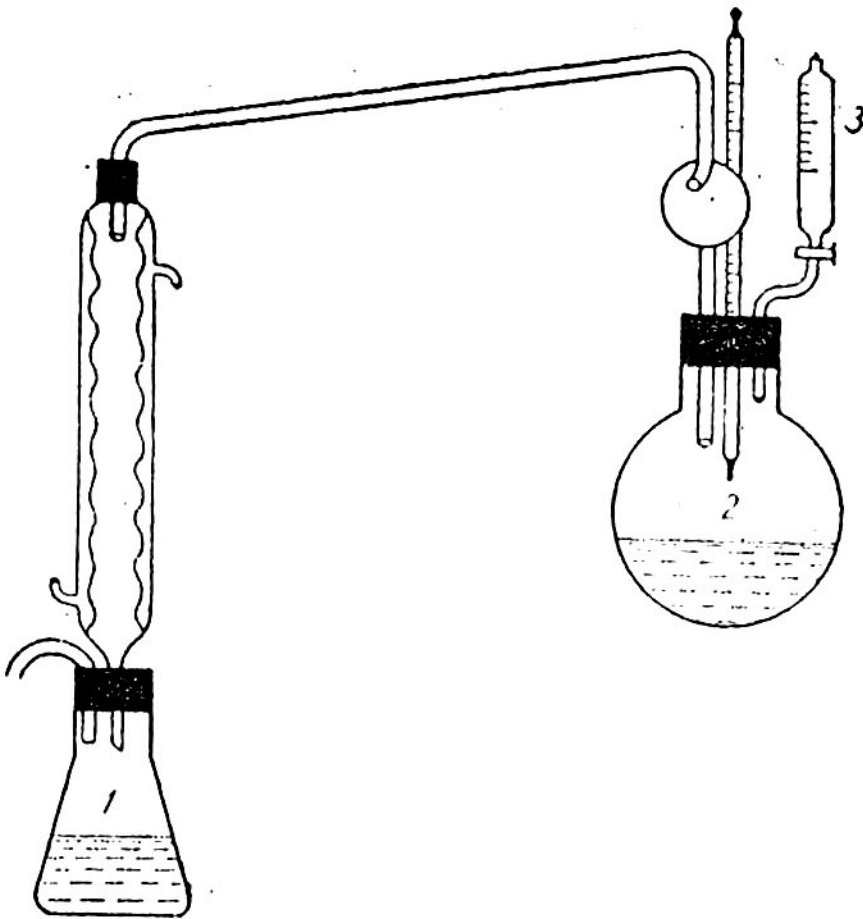
1 ml dung dịch I chứa 0,20 mg asen;

Dung dịch asen tiêu chuẩn II: lấy 25 ml dung dịch I, thêm nước chính xác tới 500 ml;

1 ml dung dịch II chứa 0,01 mg asen.

3. CÁCH TIẾN HÀNH

3.1. Cân chính xác 0,5 – 1,0 g mẫu (tùy theo hàm lượng arsen có trong mẫu) vào cốc dung tích 100 ml. Thấm ướt mẫu bằng một vài giọt nước, thêm 20 ml axit nitric và đun cho đến khi khí nitơ dioxid màu nâu không thoát ra mạnh. Cho vào 20 ml dung dịch axit sunfuric (1+1), đun cho đến khi khí màu trắng thoát ra. Để nguội, tráng rửa thành cốc bằng 5–10 ml nước và lại đun cho tới khi khí màu trắng thoát ra. Lặp lại quá trình trên một lần nữa



Sơ đồ cất AsCl_3 trong HCl

1, Bình thu 2, Bình chứa dung dịch mẫu 3, Phễu chiết

Để nguội. Chuyển dung dịch vào bình cất và tráng cốc bằng 15 – 20 ml axit clohidric (1+3). Thêm 0,5 g kali bromua, 2 g hidrazin sunfat và vài hạt đá bọt. Lắp nhanh hệ thống cất (như hình

bên). Bình thu dung dịch cất có chứa sẵn 15—20 ml nước và 5 giọt hidro peoxit. Dùng phễu chiết nhỏ vào bình cất 40 ml axit clohidric. Cất cho tới khi thể tích dung dịch trong bình cất còn khoảng 30 ml. Thêm 10 ml axit clohidric và cất cho tới khi trong bình còn khoảng 20—25 ml dung dịch. Tháo bình thu.

3.2. Trong trường hợp hàm lượng asen trong mẫu cân nhỏ hơn 0,10 mg, toàn bộ dung dịch cất thu được đem dùng để xác định asen và không cần định mức. Nếu không như vậy thì định mức dung dịch cất được tới 100 ml. Lấy một phần dung dịch chứa 0,01 đến 0,1 mg asen cho vào cốc 100 ml và dùng để xác định hàm lượng asen. Thêm 10 ml axit nitric (1,40). Đun sôi tới vừa khô. Sấy ở 130°C trong khoảng 90 phút. Lấy cốc ra. Thêm vào cốc 2 ml dung dịch amoni molipdat 1%, 0,5 ml dung dịch hidrazin sunfat 0,15%; 20 ml nước và lắc đều. Đun sôi nhẹ trong 5 phút. Để nguội và định mức bằng nước tới 50 ml.

Sau 30 phút mẫu của dung dịch được đo ở bước sóng 840 nm. Cuvet đem dùng có độ dày thích hợp.

Dung dịch so sánh là dung dịch không chứa mẫu đã được xử lý qua tất cả các bước giống như dung dịch đo.

4. XÂY DỰNG ĐƯỜNG CHUẨN

Cho vào các cốc dung tích 100 ml những lượng 0; 1; 3; 5 và 10 ml dung dịch asen tiêu chuẩn II. Thêm 10 ml axit nitric đun sôi cho bay hơi tới khô, sấy ở 130°C trong khoảng 90 phút. Tiếp tục tiến hành thí nghiệm như đã ghi ở điều 3.2.

5. TÍNH KẾT QUẢ

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

$$X = \frac{G_1 \cdot V}{G \cdot V_1} \times 100,$$

trong đó:

G_1 — lượng asen tìm được theo đường chuẩn, tính bằng g;

V — thể tích chung của dung dịch mẫu, tính bằng ml;

V_1 — thể tích dung dịch lấy đem đo màu, tính bằng ml;

G — lượng mẫu cân, tính bằng g.

5.2. Độ chính xác của phương pháp

Hàm lượng asen, %	Độ lệch cho phép, %
Đến 0,5	0,08
Lớn hơn 0,5 đến 2,0	0,15
» 2,0 » 5,0	0,20
» 5,0	0,30