

QUẶNG THIẾC		TCVN 3640 - 81
Phương pháp xác định hàm lượng vonfram oxit		
Оловянная руда Метод определения содержания окиси вольфрама	Tin ores. Method for the determination of wolframeoxi de content	Có hiệu lực từ 1-7-1982

1. NGUYÊN TẮC

Phương pháp dựa trên việc khử vonfram về trạng thái hóa trị V bằng titan (III) và đo màu phức vonfran hóa trị V với ion sunfoxianua trong môi trường axit clohidric.

2. DỤNG CỤ VÀ HÓA CHẤT

Máy đo màu thích hợp;

Axit sunfuric (1,84) và các dung dịch (1 + 1); (1 + 2); (1 + 9); (1 + 10);

Axit clohidric (1,19);

Axit xitric dung dịch 25 %;

Natri hidroxit, các dung dịch 20 %; 2 % và 200 g/l;

Amoni sunfoxianua, dung dịch 25%; mới pha;

Hidroxyamin hydroclorua, dung dịch 2%;

Natri cacbonat dung dịch 5%;

Đồng sunfat, dung dịch 2%;

Natri peoxit;

Thiourê, dung dịch 5%;

Dung dịch phen sắt: hòa tan 8 g muối trong 100 ml dung dịch axit sunfuric (1 + 9) và thêm nước đến 500 ml;

Titan (III) clorua dung dịch 1,5% đựng trong bình nhựa polyetylen có hỗn hống kẽm;

Hỗn hống kẽm: hòa tan 3g kẽm cục nhỏ trong 100 - 130 g thủy ngân với 10 - 20ml axit sunfuric (1 + 10) trong bát sứ khuấy bằng đũa thủy tinh. Đun cách thủy 5 - 10 phút. Rửa hỗn hống và chuyển vào bình nhựa polyetylen.

Vonfram oxit :

Dung dịch vonfram tiêu chuẩn : hòa tan 0,1 g vonfram oxit đã nung ở nhiệt độ 750 – 800°C trong 100 ml dung dịch natri hidroxit (200g/l). Định mức bằng nước đến 1000 ml.

1 ml dung dịch chứa 0,1 mg vonfram oxit.

Dung dịch molipden tiêu chuẩn : cân 0,15 g molipden oxit hòa tan trong 25ml natri hidroxit (200g/l) rồi chuyển vào bình định mức dung tích 1000 ml. Định mức vạch bằng nước, lắc đều.

1 ml dung dịch chứa 0,15 mg molipden oxit.

3. TIỀN HÀNH THỬ

3.1. Cân chính xác một lượng cân thích hợp theo bảng 1 vào chén sắt. Nung với 4g natri hidroxit và khoảng 2–3g natri peoxit ở nhiệt độ 700 – 800°C. Hòa tan khối nóng chảy bằng 50 – 60 ml nước vào cốc 250 ml. Trong trường hợp có màu tím hay xanh của mangan thì phải thêm 0,1 g natri peoxit cho đến khi dung dịch mất màu. Đun sôi đến hết bọt khí bay ra (phân hủy hoàn toàn chất oxy hóa dư). Thêm 5 ml dung dịch hidroxylamin hydroclorua 2%, đun sôi và khuấy trong vòng 5 – 10 phút. Làm lạnh đến nhiệt độ phòng. Lọc dung dịch qua hai giấy lọc băng xanh, rửa 4 – 5 lần bằng dung dịch natri cacbonnat. Định mức bằng nước đến thể tích tương ứng (xem bảng 1).

Bảng 1

Hàm lượng vonfram oxit %	Lượng cân, g	Dung tích bình định mức, ml	Thể tích dung dịch mẫu lấy đem phân tích, ml
Đến 0,5	1,00	100	5
Lớn hơn 0,5 » 1	0,50	100	5
» 1 » 2	0,25	250	5
» 2	0,10	250	5

3.2. Xác định vonfram oxit

3.2. Xác định vonfram oxit

Hút 3 - 5ml dung dịch vào bình định mức dung tích 25 ml Thêm 2 ml natri hidroxit, 1ml amoni sunfoxianua, 8 ml axit clohidric (1,19), 0,5 ml hidroxylamin, hidroclorua (1,19) và 3 - 4 ml titan (III) clorua. Định mức bằng nước đến vạch. Sau 15-20 phút đo mật độ quang của dung dịch ở bước sóng 400 - 460 nm. Mẫu so sánh là mẫu trắng có thành phần giống mẫu cần xác định trừ thuốc thử.

3.3. Xác định hàm lượng molipden oxit

Lấy 5ml dung dịch mẫu cho vào bình định mức dung dịch 25 ml. Thêm 1 ml axit xitric, 7 ml axit sunfuric (1+2), 1ml đồng sunfat, 1 ml dung dịch muối sắt, 2,5 ml dung dịch thioure và 1,5 - 2 ml amoni sunfoxianua. Định mức đến vạch bằng nước.

Sau 15 - 20 phút đo màu dung dịch ở bước sóng 450 - 500nm với cuvet thích hợp.

Mẫu so sánh là mẫu trắng có thành phần giống mẫu cần xác định trừ thuốc thử.

4. XÂY DỰNG ĐƯỜNG CHUẨN

4.1. Đường chuẩn cho vonfram oxit

Cho vào các bình định mức dung tích 25ml những lượng dung dịch vonfram tiêu chuẩn 0; 0,1; 0,3; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 và 3,5 ml. Thêm 2 ml natri hidroxit 2% lắc đều, cho vào 1 ml amoni sunfoxianua, 8 ml axit clohidric, 0,5 ml hidroxylamin hidroclorua và 3 - 4 ml titan (III) clorua. Định mức đến vạch bằng nước. Lắc đều và sau 15-20 phút đo mật độ quang của dung dịch như đã ghi ở điều 3.2.

4.2. Đường chuẩn cho molipden oxit

Cho vào bình định mức dung tích 25 ml những lượng dung dịch molipden tiêu chuẩn: 0,1; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 và 3,5 ml. Thêm dung dịch natri hidroxit 2% vào các bình cho tới khi thể tích dung dịch trong các bình khoảng 10ml. Cho vào 1ml axit xitric, 7ml axit sunfuric (1+2) 1ml dung dịch đồng sunfat, 1ml dung dịch muối sắt, 2,5 ml dung dịch thioure và 1,5 - 2 ml dung dịch amoni sunfoxianua. Định mức đến vạch bằng nước và sau 15 - 20 phút đo mật độ quang của dung dịch như đã ghi ở điều 3.3.

5. KẾT QUẢ TÍNH

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

5.1.1. Trong trường hợp hàm lượng molipden nhỏ hơn 0,25% :

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

trong đó:

G_1 — lượng vonfram oxit trong mẫu tìm được theo đường chuẩn, tính bằng g;

G — lượng mẫu cân, tính bằng g.

5.1.2. Trong trường hợp lượng molipden lớn hơn 0,25% :

$$X = \frac{V}{G} \left(\frac{G_1}{V_1} - \frac{G_2 \cdot 0,016}{V_2} \right) \cdot 100,$$

trong đó:

G_1 — lượng vonfram oxit trong mẫu tìm được theo đường chuẩn, tính bằng g;

G_2 — lượng molipden oxit trong mẫu tìm được theo đường chuẩn, tính bằng g;

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

V_1 — thể tích của dung dịch lấy để xác định hàm lượng vonfram oxit, tính bằng ml;

V_2 — thể tích của dung dịch lấy để xác định molipden oxit tính bằng ml;

G — lượng cân, tính bằng g

0,016 — giá trị tăng của hàm lượng vonfram oxit theo phần trăm của hàm lượng molipden oxit.

5.2. Độ chính xác của phương pháp

Bảng 2

Hàm lượng vonfram oxit, %	Độ lệch cho phép %
Đến 2%	0.20
Lớn hơn 2%	0.35