

<b>QUẶNG THIẾC</b>		<b>TCVN</b>
<b>Phương pháp xác định hàm lượng titan dioxit</b>		<b>3719 - 82</b>
Оловянная руда Метод определения Содержания двуокиси титана	Tin ores. Method for the deter- mination of titanium dioxide content	Có hiệu lực từ 1-7-1983

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp phân tích hóa học xác định hàm lượng titan dioxit trong quặng thiếc bằng phương pháp đo màu. Khi tiến hành phân tích nhất thiết phải tuân theo những quy định chung cho các phương pháp phân tích hóa học ghi trong TCVN 3636 - 81.

### 1. NGUYÊN TẮC

Hàm lượng titan dioxit được xác định bằng phương pháp đo màu phức chất màu vàng giữa titan và thuốc thử hidropeoxit ở bước sóng hấp thụ  $\lambda_{max} = 410nm$ . Mẫu được nung chảy bằng kali pyrosunfat. Ảnh hưởng của sắt được che bằng axit photphoric

### 2. DỤNG CỤ VÀ HÓA CHẤT

Kali pyrosunfat đã nghiền mịn trong cối sứ và sấy khô;

Axit sunfuric dung dịch (1 + 1) và 5%;

Axit O - photphoric dung dịch 20%;

Hydro peoxit dung dịch 3%;

Chén sứ 50 ml;

Lò nung

Máy so màu quang điện;

Bát (chén) platin;

Dung dịch tiêu chuẩn titan dioxit A: cân 1g titan dioxit (đã được nung ở 1000° C đến khối lượng không đổi) rồi trộn đều với 7 - 10g kali pyrosunfat trong bát (chén) platin. Nung chảy mẫu ở nhiệt độ 400° C, để nguội, hòa tan chất nung chảy trong 100 ml axit sunfuric (1 + 1). Định mức đến 1000 ml bằng nước.

1 ml dung dịch A chứa 1mg  $TiO_2$

Dung dịch tiêu chuẩn titan dioxide B hút 100 ml dung dịch A rồi pha loãng trong bình định mức đến 100 ml bằng dung dịch axit sunfuric 5%.

1 ml dung dịch chứa 0,1 mg  $TiO_2$ .

### 3.3 CÁCH TIẾN HÀNH

Cân 0,5000 đến 1,0000 g mẫu, trộn đều với 8 g kali pyrosunfat trong chén sứ. Nung chảy mẫu ở nhiệt độ 400 – 500°C trong 2 giờ, làm nguội chén rồi cho chén chứa mẫu vào cốc 250 ml có chứa sẵn 100 ml axit sunfuric 5%. Lọc dung dịch qua giấy lọc bằng xanh vào bình định mức dung tích 250 ml. Rửa kết tủa và giấy lọc bằng axit sunfuric 5%, từ 4 – 5 lần.

Cho kết tủa và giấy lọc vào chén sứ đã dùng nung mẫu lần đầu, sấy khô, tro hóa từ nhiệt độ thấp tới 800 – 900°C rồi giữ ở nhiệt độ này 30 phút. Lấy chén ra, để nguội, thêm vào kết tủa đã tro hóa 4 g kali pyrosunfat rồi lại nung chảy ở nhiệt độ 400 – 450°C trong 2 giờ. Lặp lại quá trình lấy mẫu và lọc dung dịch như trên. Rửa kết tủa và giấy lọc 4 – 5 lần bằng dung dịch axit sunfuric 5%. Thu dung dịch vào bình định mức dung tích 250 ml ở trên.

Sau hai lần nung bằng kali pyrosunfat nếu mẫu chưa tan hết thì phải lặp lại quá trình nung mẫu như trên cho đến khi hòa tan hoàn toàn. Định mức dung dịch thu được bằng dung dịch axit sunfuric 5% loãng đều.

Tùy hàm lượng titan chứa trong mẫu dùng pipet lấy ra từ 5 – 25 ml dung dịch trên cho vào bình định mức 100 ml. Thêm vào 2 ml axit phosphoric 20%, lắc đều. Thêm 2 ml hydroperoxit, lắc đều. Định mức đến vạch bằng axit sunfuric 5%. Đem so màu với kính lọc có  $\lambda_{max} = 410 nm$ , cuvet có độ dày 30 mm. Dùng dung dịch màu trắng làm dung dịch so sánh.

### 4. XÂY DỰNG DUNG CHUẨN

Dùng micro buret lấy vào bình định mức dung tích 100 ml những lượng dung dịch tiêu chuẩn B theo thứ tự: 0, 1, 2, 3, 5, 7, 10, 15 và 20 ml.

Thêm vào mỗi bình 2 ml axit photphoric, 2 ml hydroperoxit tác đều, rồi định mức đến vạch bằng axit sunfuric 5%. Dùng dung dịch không chứa dung dịch B làm dung dịch so sánh đem so màu rồi dựng đường chuẩn.

### 5. TÍNH KẾT QUẢ

5.1 Hàm lượng titan dioxit (X) tính bằng phần trăm theo công thức:

$$X = \frac{a \cdot V_1 \cdot 100}{G \cdot V_2}$$

trong đó:

a — khối lượng titan dioxit tìm thấy trên đường chuẩn, tính bằng g;

G<sub>0</sub> — khối lượng mẫu thử, tính bằng g;

V<sub>2</sub> — thể tích dung dịch hút ra để làm mẫu tính bằng ml;

V<sub>1</sub> — thể tích dung dịch định mức ban đầu, tính bằng ml.

5.2 Độ chính xác của phương pháp

Hàm lượng titandioxit %	Độ lệch cho phép. %
Từ 0,2 đến 1,0	0,08
Lớn hơn 1,0 đến 6,0	0,15