

QUẶNG THIẾC		TCVN 3647 — 81
Phương pháp xác định hàm lượng đồng và kẽm		
Оловянная руда Метод определения содержания меди и цинка	Tin ores. Method for the determination of copper and zink content	Có hiệu lực từ 1-7-1982

1. NGUYÊN TẮC

Đồng và kẽm được xác định đồng thời bằng phương pháp cực phổ sau khi phân hủy mẫu quặng bằng axit mạnh. Khi hàm lượng đồng vượt quá 10 lần kẽm thì ảnh hưởng của đồng đến việc xác định kẽm được loại trừ bằng cách kết tủa với natri thiosunfat.

2. DỤNG CỤ VÀ HÓA CHẤT

Máy cực phổ ;

Amoniac dung dịch (1 + 4) ;

Hidro peoxit đặc và dung dịch 3% ;

Natri sunfit khan ;

Axit clohidric (1 + 19) và các dung dịch (2 + 1), (1 + 1) (1 + 9); (1 + 20);

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

Dung dịch sắt (III) clorua ; hòa tan 100 g sắt (III) clorua trong 1000ml axit clohidric (1 + 9);

Gelatin, dung dịch 1% mới pha (dùng sau một ngày phải bảo quản trong tủ lạnh);

Dung dịch amoni hidroxit và amoni clorua dùng làm nền; hòa tan 100 g amoni clorua tinh thể vào bình định mức dung tích 1000 ml. Thêm 150 ml amoniac (1 + 4) và định mức bằng nước đến vạch;

Dung dịch natri thiosunfat 100 g/l ;

Kẽm hạt, sạch phân tích ;

Đồng kim loại, sạch phân tích

Dung dịch đồng tiêu chuẩn: cân chính xác 1 g đồng kim loại vào bình nón dung tích 250 ml, cho vào 5 — 10 ml nước. Thêm từ từ axit nitric đặc tới khi tan hoàn toàn. Cho 10 ml axit sunfuric (1+1). Đun cho tới khi khói trắng anhidric sunfuric bốc ra. Để nguội, thêm 5 ml nước và lại cho dung dịch bay hơi như trên. Sau đó cho thêm 50 — 100 ml nước và chuyển dung dịch sang bình định mức dung tích 1000 ml. Định mức bằng nước đến vạch.

1 ml dung dịch chứa 1 mg đồng ;

Dung dịch kẽm tiêu chuẩn: cân 1 g kẽm hạt cho vào bình nón dung tích 250 ml, thêm 10 — 20 ml nước và cho từ từ axit clohidric đặc đến tan hết. Chuyển dung dịch sang bình định mức dung tích 1000 ml và định mức đến vạch bằng axit clohidric (1+20).

1 ml dung dịch chứa 1 mg kẽm.

3. CÁCH TIẾN HÀNH

3.1. Trường hợp hàm lượng đồng không vượt quá 10 lần kẽm
 Tùy theo hàm lượng đồng và kẽm mà lượng mẫu cân và bình định mức thích hợp được ghi trong bảng 1.

Bảng 1

Hàm lượng đồng và kẽm %	Lượng cân, g	Dung tích bình định mức, ml
Đến 0,1	2,00	50
Lớn hơn 0,1 đến 0,5	1,00	100
» 0,5 » 3,0	0,50	250
» 3,0	0,25	500

Cân chính xác lượng mẫu vào cốc 250 ml. Cho vào 25 ml axit clohidric (2 + 1), đun sôi 10 — 15 phút cho bay hết khí hidrosunfua. Thêm 10 ml axit nitric đặc, đun đến cạn khô. Cho vào 7 — 10 ml axit clohidric đặc và lại đun cho tới khô. Lặp lại quá trình này 4 — 5 lần. Cho vào phần cạn khô 10 ml axit clohidric (1 + 1) đến tan hết muối rồi thêm amoniac cho tới kết tủa hoàn toàn. Thêm 10 giọt hidro peoxit và đun sôi trong 5 phút. Chuyển dung dịch

vào bình định mức (bảng 1). Thêm 30 — 40 ml dung dịch nền amoni hidroxit — amoni clorua và định mức đến vạch bằng nước. Dùng pipet hút ra 20 ml, thêm vào 0,5 — 0,7 g natri sunfit (để loại oxy). Sau 10 phút, thêm 5 giọt dung dịch gelatin và ghi đường cong cực phổ trong khoảng thế từ $-0,1$ đến $-0,5V$, đối với đồng và trong khoảng thế từ $-0,9$ đến $-1,3V$ đối với kẽm (so với anốt thủy ngân). Có thể loại ảnh hưởng của oxy hóa tan bằng cách sục qua dung dịch một dòng khí nitơ hay hidro trong khoảng 15 phút)

3.2. Trường hợp hàm lượng đồng vượt quá 10 lần kẽm

Quá trình phân hủy mẫu cũng được tiến hành như đã ghi ở điều 3.1. Thêm 10 ml axit sunfuric (1+1) vào phần cặn khô, đun cho tới khi khói trắng anhidric sunfuric bốc ra. Làm lạnh, thêm 30 ml nước và đun sôi 5—10 phút. Pha loãng dung dịch bằng nước cất đến khoảng 100 ml và đun sôi. Thêm dung dịch natri thiosunfat cho đến khi kết tủa đồng kim loại tách ra hoàn toàn. Đun nhẹ cho muối kết tủa. Lọc qua giấy lọc bằng đỏ. Rửa kết tủa 4 — 5 lần bằng nước nóng rồi tiếp tục quá trình phân tích như đã ghi ở phần 3.1.

3.3. Chuẩn bị dung dịch chuẩn

Dùng microburet lấy vào bình định mức dung tích 100 ml những lượng khác nhau của dung dịch chuẩn đồng và kẽm sao cho nồng độ cuối cùng của chúng nằm trong khoảng từ 1 — 100 ml/l. Pha loãng nồng độ bằng nước đến thể tích 40 ml. Thêm từ từ 1 — 3 ml dung dịch sắt (III) clorua. Trung hòa dung dịch bằng amoniac cho đến kết tủa sắt hidroxit. Thêm 40 ml dung dịch nền amoni clorua và định mức đến vạch bằng nước. Việc ghi các đường cong cực phổ của các dung dịch chuẩn cũng được tiến hành như đã ghi ở điều 3.1 và cũng với 20 ml dung dịch mỗi lần

4. TÍNH TOÁN KẾT QUẢ

4.1. Hàm lượng đồng và kẽm (X) tính bằng phần trăm theo công thức:

$$X = \frac{h \cdot V \cdot 100}{K \cdot G \cdot 10^6}$$

trong đó:

h — chiều cao sóng cực phổ của dung dịch mẫu, tính bằng mm ;

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

K — tỷ số trung bình của chiều cao sóng cực phổ của dung dịch chuẩn (etalon) so với nồng độ của chính dung dịch đó;

G — lượng cân mẫu, tính bằng g .

4.2. Độ chính xác của phương pháp

Bảng 2

Hàm lượng đồng, %	Độ lệch cho phép, %
Đến 0,2	0,03
Lớn hơn 0,2 đến 0,5	0,06
» 0,5 » 1,0	0,10
» 1,0	0,15

Bảng 3

Hàm lượng kẽm, %	Độ lệch cho phép, %
Đến 0,5	0,06
Lớn hơn 0,5 đến 1,0	0,15
» 1,0 » 3,0	0,17
» 3,0 » 5,0	0,20
» 5,0 » 7,0	0,25
» 7,0	0,40