

QUẶNG SẮT Phương pháp xác định hàm lượng Titan dioxit		TCVN 1669—86
Руды железные Метод определения содержания диоксида титана	Iron ores Method for determination of titanium dioxide content	Có hiệu lực từ 1-7-1987

Tiêu chuẩn này thay thế cho TCVN 1669—75.

Tiêu chuẩn này áp dụng cho quặng sắt có hàm lượng titan dioxit từ 0,01 đến 5%.

1. NGUYÊN TẮC CỦA PHƯƠNG PHÁP

So màu hợp chất phức bền màu vàng giữa titan (IV) với diantipyrinmelan trong môi trường axit clohydric 1—4 N.

Ảnh hưởng của sắt (III) và vanadi (V) được loại trừ bằng cách khử chúng bằng axit ascorbic.

2. QUY ĐỊNH CHUNG

2.1. Mẫu để xác định hàm lượng titan dioxit được chuẩn bị theo TCVN 1664—86.

2.2. Nước cất dùng trong tiêu chuẩn này phải là nước cất phù hợp với TCVN 2117—77.

2.3. Các thuốc thử dùng trong tiêu chuẩn này phải là loại «TKHH» hoặc «TKPT».

3. THIẾT BỊ VÀ THUỐC THỬ

Cân phân tích có độ chính xác đến 0,0002 g;

Lò nung đảm bảo nhiệt độ nung nóng tối đa không thấp hơn 1000°C;

Máy so màu quang điện;

Kali pirosunfat;

Natri cacbonat khan;

Natri tetraborat ngậm mười phân tử nước được làm khan theo phương pháp sau: đun nóng dần dần tinh thể natri tetraborat ngậm mười phân tử nước đến nhiệt độ $350 - 400^{\circ}\text{C}$ và sau đó nung ở nhiệt độ này trong thời gian 1,5 giờ;

Sắt (III) oxit;

Hỗn hợp nung chảy: trộn đều natri tetraborat và cacbonat khan theo tỷ lệ khối lượng 1: 4. Sau đó trộn 15 phần khối lượng này với một phần khối lượng sắt (III) oxit. Hỗn hợp được bảo quản trong bình kín;

Axit atcobic, dung dịch 100g/l, sử dụng dung dịch nước pha;

Axit nitric ($d = 1,40$);

Axit sunfuric ($d = 1,84$), dung dịch 1: 4 và 1: 9;

Axit clohydric ($d = 1,19$), dung dịch 1N, 1:1 và 1:4;

Diantipyrinmetan, dung dịch 50 g/l được chuẩn bị như sau: hòa tan 5g diantipyrinmetan trong 70 ml dung dịch axit clohydric 1N, nếu dung dịch đục thì lọc. Chuyển dung dịch vào bình định mức dung tích 100 ml và định mức cũng bằng dung dịch axit này;

Dung dịch chuẩn titan:

Dung dịch A: cân 0,1000g titan dioxit đã được nung ở 900°C trong thời gian 40 phút vào chén platin và nung chảy với 3 - 4 g kalipirosunfat ở nhiệt độ $650 - 700^{\circ}\text{C}$ đến khi khối nung chảy trong suốt. Để nguội chén và chuyển chén vào cốc dung tích 200 ml, thêm 50 ml dung dịch axit sunfuric 1:9 và đun nóng nhẹ đến hòa tan hết khối nung chảy. Lấy chén ra, để chén trên thành cốc, rửa chén bằng nước và hứng nước rửa vào cốc. Chuyển toàn bộ dung dịch vào bình định mức dung tích 250 ml, định mức bằng dung dịch axit sunfuric 1: 9 và lắc đều. 1 ml dung dịch A chứa 0,4 mg titan dioxit.

Dung dịch B: lấy 25 ml dung dịch A vào bình định mức dung tích 1 lít, định mức bằng dung dịch axit sunfuric 1:9 và lắc đều. 1 ml dung dịch B chứa 0,01 mg titan dioxit.

4. CÁCH TIẾN HÀNH.

4.1. Cân một khối lượng quặng phụ thuộc vào hàm lượng titan dioxide như chỉ ra ở bảng 1 vào chén platin, thêm hỗn hợp nung chảy và nung ở 1000°C trong thời gian khoảng 20 phút đến khi khối nung chảy trong suốt.

Bảng 1

Hàm lượng Titan dioxide %	Khối lượng mẫu, g	Khối lượng hỗn hợp nung chảy, g	Phần thể tích dung dịch phân tích, ml
Từ 0,01 đến 0,05	0,5	5	50
Trên 0,05 đến 0,25	0,2	3	20
Trên 0,25 đến 0,5	0,2	3	10
Trên 0,5 đến 3	0,2	3	5
Trên 3 đến 5	0,1	3	5

Đề nguội chén và chuyển chén vào cốc dung tích 300 ml, thêm 100 ml dung dịch axit clohydric 1:1. Lấy chén ra và rửa chén bằng nước. Đậy cốc bằng mặt kính đồng hồ và đun sôi dung dịch trong thời gian 2—3 phút. Khi hàm lượng mangan trong mẫu lớn hơn 0,1%, để tránh hỏng chén platin, ngâm chén và khối nung chảy trong 50—80 ml nước, lấy khối nung chảy ra khỏi chén, rửa chén bằng nước, thêm vào dung dịch 20 ml axit clohydric ($d = 1,19$) và đun sôi dung dịch trong thời gian 2—3 phút, Đề nguội dung dịch và chuyển vào bình định mức dung tích 200 ml định mức bằng nước và lắc đều.

4.2. Cũng có thể phá mẫu bằng axit theo phương pháp sau:

Cân mẫu vào cốc dung tích 300 ml, thêm 30 ml axit clohydric ($d = 1,19$), đậy kính đồng hồ và đun nhẹ đến phân hủy mẫu. Thêm 5 ml axit nitric ($d = 1,40$), 10 ml dung dịch axit sunfuric 1:4, đun nóng từ từ đến bốc khói trắng và đun thêm 10 phút nữa. Đề nguội, thêm 20 ml dung dịch axit clohydric 1:1, 50 ml nước và đun sôi đến tan các muối kết tinh. Lọc phần kết tủa không tan bằng giấy lọc thường. Rửa cốc 2—3 lần bằng nước nóng và sau đó rửa giấy lọc và kết tủa 8—10 lần. Nước lọc được giữ lại (dung dịch C).

Giấy lọc và kết tủa được chuyển vào chén platin, đốt cháy giấy lọc, nung đến $600 \pm 700^\circ\text{C}$ và để nguội. Cho vào chén 1 ÷ 2 giọt nước, 3 ÷ 4 giọt axit sunfuric ($d = 1,84$), 5 — 10 ml axit flohydric và cô đến khô. Thêm khoảng $0,5 \pm 1,0$ g kali pirosunfat và nung ở $700 \pm 200^\circ\text{C}$ trong thời gian 5 phút. Để nguội, cho chén vào cốc dung tích 250 ml, ngâm khối nung chảy bằng 50 ml nước nóng, rửa chén bằng nước và gộp dung dịch này vào dung dịch C, chuyển dung dịch thu được vào bình định mức dung tích 200 ml, định mức bằng nước và lắc đều.

4.3. Tùy thuộc vào hàm lượng titan dioxit mà lấy dung dịch theo bảng 1 vào bình định mức dung tích 100 ml, thêm 10 ml dung dịch axit ateobi và lắc đều. Sau 5 phút thêm 15 ml dung dịch axit clohydric 1:1 và 10 ml dung dịch diantipyrinmetan. Định mức bằng nước và lắc đều. Sau 20 phút đo mật độ quang của dung dịch ở độ dài sóng 380 ± 400 nm, sử dụng nước cất làm dung dịch so sánh.

Nếu trong quặng chứa các nguyên tố làm cho dung dịch mẫu có màu (như crôm, niken) thì dung dịch so sánh là dung dịch mẫu được tiến hành song song nhưng không cho dung dịch diantipyrinmetan.

4.4. Khi hàm lượng titan dioxit đến 1,0% thì xây dựng đường chuẩn trong bình định mức dung tích 100 ml với 1; 2,5; 5,0; và 7 ml dung dịch chuẩn B, tương ứng với 0,01; 0,025; 0,050 và 0,075 mg titan dioxit.

Khi hàm lượng titan dioxit lớn hơn 1,0% thì xây dựng đường chuẩn trong bình định mức dung tích 100 ml với 7,5; 10,0; 12,5 và 15,0 ml dung dịch chuẩn B, tương ứng 0,075; 0,100; 0,125 và 0,150 mg titan dioxit. Thêm các thuốc thử và tiến hành so màu như đối với dung dịch mẫu. Dung dịch so sánh là nước cất.

5. TÍNH KẾT QUẢ

5.1. Hàm lượng titan dioxit (X) theo phần trăm khối lượng được tính theo công thức:

$$X = \frac{m_1 \cdot 100 \cdot K}{m \cdot 1000}$$

trong đó:

- m_1 — khối lượng titan dioxit của mẫu tương ứng với đường chuẩn, mg;
- m — Khối lượng mẫu tương ứng với dung dịch mẫu để so màu, g;
- X — hệ số chuyển quang sang quang khô tính theo công thức:

$$K = \frac{100}{100 - W}$$

trong đó:

W — Độ ẩm của mẫu, %; được xác định theo TCVN 1666—86

5.2. Sai lệch kết quả giữa hai lần xác định song song khi độ tin cậy $p = 0,95$, không được vượt quá các giá trị nêu trong bảng 2

%

Bảng 2

Hàm lượng titan dioxit				Sai lệch cho phép
Từ 0,01 đến 0,015				0,006
Trên	0,015	đến	0,025	0,01
Trên	0,025	đến	0,05	0,015
Trên	0,05	đến	0,1	0,02
Trên	0,1	đến	0,25	0,03
Trên	0,25	đến	0,5	0,05
Trên	0,5	đến	1	0,07
Trên	1,0	đến	2,5	0,10
Trên	2,5	đến	5	0,15