

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 12202-5:2018

Xuất bản lần 1

**ĐẤT, ĐÁ QUẶNG APATIT VÀ PHOTPHORIT -
PHẦN 5: XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG TITAN BẰNG
PHƯƠNG PHÁP ĐO MÀU**

*Apatite and phosphorite ores - Part 5: Determination of titanium content -
Colorimetric method with a hydrogen peroxide reagent method*

HÀ NỘI - 2018

Lời nói đầu

TCVN 12202-4:2018 do Tổng Cục Địa chất và Khoáng sản Việt Nam biên soạn, Bộ Tài nguyên và Môi trường đề nghị, Tổng Cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Bộ TCVN Đất, đá quặng apatit và photphorit gồm các phần sau:

- | | | |
|---|--------------------|--|
| 1 | TCVN 12202-1: 2018 | <u>Phần 1: Xác định hàm lượng chất không tan bằng phương pháp khối lượng</u> |
| 2 | TCVN 12202-2:2018 | <u>Phần 2: Xác định hàm lượng photpho bằng phương pháp chuẩn độ</u> |
| 3 | TCVN 12202-3:2018 | <u>Phần 3: Xác định hàm lượng photpho bằng phương pháp quang phổ phát xạ plasma cảm ứng (ICP-OES)</u> |
| 4 | TCVN 12202-4:2018 | <u>Phần 4: Xác định hàm lượng flo bằng phương pháp chuẩn độ và phương pháp đo màu</u> |
| 5 | TCVN 12202-5:2018 | <u>Phần 5: Xác định hàm lượng titan bằng phương pháp đo màu</u> |
| 6 | TCVN 12202-6:2018 | <u>Phần 6: Xác định hàm lượng silic bằng phương pháp khối lượng</u> |
| 7 | TCVN 12202-7:2018 | <u>Phần 7: Xác định hàm lượng canxi, magie bằng phương pháp quang phổ phát xạ plasma cảm ứng (ICP-OES)</u> |
| 8 | TCVN 12202-8:2018 | <u>Phần 8: Xác định hàm lượng sắt tổng số và sắt (II) bằng phương pháp chuẩn độ bicromat</u> |
| 9 | TCVN 12202-9:2018 | <u>Phần 9: Xác định hàm lượng lưu huỳnh bằng phương pháp khối lượng</u> |

Đất, đá quặng apatit và photphorit –

Phần 5: Xác định hàm lượng titan bằng phương pháp đo màu

Apatite and phosphorite ores –

Part 5: Determination of titanium content - Colorimetric method with a hydrogen peroxide reagent

1. Phạm vi áp dụng

Quy trình này quy định phương pháp đo màu với thuốc thử hidro peroxit xác định hàm lượng titan (quy về TiO_2) từ 0,005 % đến 5 % trong mẫu quặng apatit, photphorit.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi, bổ sung (nếu có).

TCVN 4851 (ISO 3696), *Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử*

TCVN 7151 (ISO 648), *Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh – Pipet một mức*

TCVN 7153 (ISO 1042), *Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh – Bình định mức*

TCVN 9924:2013, *Đất, đá quặng – Quy trình gia công mẫu sử dụng cho các phương pháp phân tích hóa học, hóa lý, rơnghen, nhiệt.*

3 Nguyên tắc

Phương pháp dựa trên cơ sở đo mật độ quang của ion phức $[(TiO(H_2O_2))]^{2+}$ có màu vàng trong môi trường axit H_2SO_4 , ảnh hưởng của sắt (III) được che bằng H_3PO_4 . Phức màu hấp thụ ánh sáng cực đại ở bước sóng 400 nm đến 410 nm. Phức hình thành sau 15 min và bền 4 h ở nhiệt độ phòng.

4 Hóa chất, thuốc thử

Trong quá trình phân tích, chỉ sử dụng thuốc thử loại tinh khiết phân tích và nước phù hợp với loại 2

TCVN 12202-5:2018

của TCVN 4851 (ISO 3696).

4.1 Axit sunfuric H_2SO_4 dung dịch (1+1);

4.2 Axit photphoric H_3PO_4 (d=1,70);

4.3 Hidro peroxit H_2O_2 dung dịch (30%);

4.4 Kali piro sunfat $K_2S_2O_7$ dạng tinh thể, loại tinh khiết PA dùng cho phân tích.

4.5 Dung dịch tiêu chuẩn titan (IV)

Dung dịch 0,001 g TiO_2 /ml: cân 1,0 g TiO_2 trộn đều với 6 g đến 8 g kali piro sunfat đã nghiền mịn trong chén platin. Nung ở 400 °C đến 500 °C đến nhìn thấy khối chảy trong suốt, lấy chén ra khỏi lò, đặt vào cốc 250 ml. Thêm vào 50 ml đến 60 ml axit H_2SO_4 10 % nóng. Đun nóng để tách phần nóng chảy, rửa sạch chén. Chuyển vào bình định mức 1000 ml, thêm 90 ml axit H_2SO_4 (1+1) và thêm nước cất đến vạch mức, lắc đều;

Dung dịch 0,0001 g TiO_2 /ml: lấy 50 ml dung dịch titan 0,001 g TiO_2 /ml cho vào bình định mức 500 ml. Thêm 20 ml axit H_2SO_4 (1+1), thêm nước cất đến vạch, lắc đều.

Kiểm tra độ chuẩn của dung dịch TiO_2 :

Hút 50 ml dung dịch titan (nồng độ 0,001 g/ml) cho vào cốc 250 ml. Thêm vào 50 ml nước. Đun nóng 60 °C đến 70 °C thêm vào từng giọt NH_4OH 25 % tới thoáng có mùi amoniac, thêm tiếp 1 ml đến 2 ml NH_4OH . Đun sôi 2 min đến 3 min. Để kết tủa đông tụ và lọc qua giấy lọc chảy chậm. Rửa kết tủa bằng NH_4NO_3 5 % nóng đến sạch ion sunfat (thử bằng bari clorua), sau đó rửa 2 lần đến 3 lần bằng nước cất nóng. Chuyển kết tủa và giấy lọc vào chén platin đã biết sẵn khối lượng (đã nung chén ở 800 °C đến 900 °C đến khối lượng không đổi). Tiến hành nung chén tủa và giấy lọc trong lò nung, tăng dần nhiệt độ đến 800 °C đến 900 °C giữ ở nhiệt này khoảng 1 h. Để nguội chén trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng, cân khối lượng trên cân phân tích .

Độ chuẩn của dung dịch tính theo công thức:

$$T_{TiQ} = \frac{m}{V_h} (g/ml) \quad (1)$$

trong đó:

m Khối lượng titan dioxit sau khi nung đã trừ khối lượng của mẫu trắng, g;

V_h Thể tích dung dịch lấy phân tích kiểm tra, ml.

5 Thiết bị, dụng cụ

Trong tiêu chuẩn này sử dụng các thiết bị, dụng cụ thông thường trong phòng thử nghiệm và các thiết bị, dụng cụ sau:

5.1 Pipet một mức theo TCVN 7151.

5.2 Bình định mức theo TCVN 7153.

5.3 Máy đo màu có khả năng đo độ hấp thụ của dung dịch tại các bước sóng với các cuvet đo phù hợp hoặc máy có chức năng tương đương.

6 Chuẩn bị mẫu thử

Chuẩn bị và gia công mẫu thử theo TCVN 9924:2013

7 Cách tiến hành

Lấy 25 ml (V_h) dung dịch 1 (Điều 7.2 dung dịch tách sau SiO_2 TCVN 12202-6:2017) cho vào bình định mức 50 ml. Thêm 2 ml axit H_3PO_4 ($d=1,70$) (4.2), 5 ml axit H_2SO_4 (1+1) (4.1), thêm 0,5 ml H_2O_2 30 % (4.3). Thêm nước cất đến vạch, lắc đều. Sau 15 min đến 20 min, đo mật độ quang trên máy tại bước sóng 410 nm (5.1), cuvet 1 cm .

Xây dựng đồ thị chuẩn:

Dùng pipet hút những lượng dung dịch tiêu chuẩn titan (TiO_2) 0,0001 g/ml (4.4) cho vào các bình định mức 50 ml lần lượt theo thứ tự từ 0 ml, 1ml, 2 ml, 4 ml, 6 ml, 8 ml, 10 ml. Thêm vào từng bình những lượng dung dịch thuốc thử như tiến hành với mẫu xác định. Thêm nước cất đến vạch, lắc đều.

Tiến hành đo mật độ quang tương tự như tiến hành phân tích mẫu. Từ các giá trị mật độ quang và thể tích hoặc số mg dung dịch tiêu chuẩn titan (IV) tương ứng, vẽ đồ thị chuẩn TiO_2 .

Dung dịch so sánh kiểm tra đường chuẩn: hút 5 ml từ dung dịch tiêu chuẩn titan (TiO_2) 0,0001 g/ml vào bình định mức 50 ml, thêm lần lượt những lượng dung dịch thuốc thử như tiến hành với mẫu xác định, đo mật độ của dung dịch so sánh sau khi đã dựng đường chuẩn.

8 Tính kết quả

8.1 Tính hàm lượng titan

Hàm lượng titan được quy về titan dioxit (TiO_2), biểu thị theo phần trăm (%) khối lượng, được tính bằng công thức sau:

$$\% \text{TiO}_2 = \frac{a \times V_{dm} \times 100}{V_h \times m} \quad (2)$$

trong đó:

- a Lượng TiO_2 tương ứng với mật độ quang của dung dịch mẫu phân tích khi đối chiếu theo đồ thị chuẩn, g;
- V_{dm} Thể tích dung dịch định mức sau khi tách axit silicic, ml;
- V_h Thể tích dung dịch hút để phân tích, ml;
- m Khối lượng mẫu cân, g.

8.2 Sai số phân tích

Sai lệch lớn nhất giữa hai kết quả xác định song song hoặc đối song không vượt quá giá trị D trong Bảng 1:

Bảng 1 – Sai số phân tích

Cấp hàm lượng TiO₂ (%)	Sai lệch tuyệt đối (%)
Từ 0,005 đến nhỏ hơn 0,01	0,004
Từ 0,01 đến nhỏ hơn 0,02	0,007
Từ 0,02 đến nhỏ hơn 0,05	0,011
Từ 0,05 đến nhỏ hơn 0,10	0,025
Từ 0,10 đến nhỏ hơn 0,20	0,039
Từ 0,20 đến nhỏ hơn 0,50	0,06
Từ 0,50 đến nhỏ hơn 1,00	0,125
Từ 1,00 đến nhỏ hơn 2,00	0,19
Từ 2,00 đến nhỏ hơn 5,00	0,3

9 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm bao gồm các thông tin sau:

- a) viện dẫn tiêu chuẩn này;
- b) nhận dạng mẫu thử;
- c) tên và địa chỉ phòng thử nghiệm;
- d) ngày tiến hành thử nghiệm;
- e) kết quả thử nghiệm;
- f) ngày báo cáo kết quả thử;
- h) bất kỳ các đặc điểm đã ghi nhận trong quá trình xác định, các thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này có thể ảnh hưởng đến kết quả của mẫu thử.

Thư mục tài liệu tham khảo

[1] Tiêu chuẩn ngành – Phương pháp so màu với thuốc thử hidro peoxit xác định hàm lượng titan trong quặng Apatit, Photphoric (ký hiệu QT AP.05-HH/05).
