

QUẶNG TINH CROMIT		TCVN 2729 - 87
Phương pháp xác định hàm lượng crom (III) oxit		
Концентрат хромовой руд	Concentrate of chromium ore	Có hiệu lực từ 1-1-1988
Метод определения содержания оксидов хрома	Method for determin- ation of chromic oxide content	

Tiêu chuẩn này thay thế TCVN 2729 - 78, quy định phương pháp xác định hàm lượng crom(III) oxit trong quặng tinh cromit bằng phương pháp thể tích. Khi tiến hành xác định nhất thiết phải tuân theo đúng quy định chung cho các phương pháp phân tích hóa học trong TCVN 2727-87.

1. BẢN CHẤT PHƯƠNG PHÁP

Phân hủy mẫu bằng hỗn hợp axit sunfuric và axit photphoric. Crom (III) trong dung dịch được oxi hóa thành crôm (VI) bằng amoni pesunfat có xúc tác bạc nitrat. Chuẩn độ crôm (VI) bằng dung dịch muối Mo với chỉ thị axit phenylantranilic.

2. HÓA CHẤT

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

Axit photphoric (1,69);

Amoni pesunfat tinh thể;

Bạc nitrat, dung dịch 1%, đựng trong chai nâu;

Natrielorua, dung dịch 5%;

Muối Mo, dung dịch 0,1N, chuẩn bị như sau: hòa tan 39,5g muối Mo trong hỗn hợp gồm 250cm³ nước và 100cm³ axit sunfuric (1÷1) rồi định mức đến 1 lit. Xác định nồng độ của muối Mo bằng phép chuẩn độ với dung dịch kali bieromat pha từ ống chất chuẩn. Bảo quản dung dịch trong chai nâu. Trước khi dùng phải chuẩn độ lại.

Axitphenylantranilic, dung dịch 2% chứa natri cacbonat 0,2% kalibicromat, dung dịch 0,1N pha từ ống chất chuẩn;

3. CÁCH TIẾN HÀNH

Cân chính xác khoảng 0,1g mẫu cho vào bình nón dung tích 500cm³. Thêm 10cm³ axit photphoric (1,69) và 10cm³ axit sunfuric (1,84). Lắc đều, đun sôi nhẹ trong 20 - 30 phút cho tan hết mẫu. Để nguội, thêm 200cm³ nước và 0,5cm³ dung dịch bạc nitrat. Cho tiếp 6g amoni pesunfat rồi đun trên bếp điện cho đến khi xuất hiện màu tím hồng. Đun tiếp 10-15 phút để phân hủy hết lượng dư amoni pesunfat. Cho từ từ dung dịch natri clorua cho đến khi màu tím hồng của dung dịch chuyển thành màu vàng rơm (khoảng 10cm³). Dung dịch thêm 10 phút và để nguội. Cho vào dung dịch 3-4 giọt axit phanylantranilic, lắc đều rồi chuẩn độ bằng dung dịch muối Mo cho đến khi màu tím đỏ của dung dịch chuyển sang màu xanh lá cây.

4. TÍNH KẾT QUẢ

4.1 Hàm lượng crôm (III) oxit (X) trong mẫu tính bằng phần trăm, xác định theo công thức:

$$X = \frac{V \cdot T}{G} \cdot 100$$

trong đó:

V—Thể tích dung tích muối Mo dùng để chuẩn độ, cm³;

T—Độ chuẩn của dung dịch muối Mo theo crôm (III) oxit g/cm³;

G—Khối lượng mẫu, g.

4.2. Độ chuẩn T của dung dịch muối Mo theo crôm (III) oxit được xác định bằng phép chuẩn độ với dung dịch kali bicromat pha từ ống chất chuẩn và được tính theo công thức:

$$T = \frac{V_1 \cdot N \cdot 25,3315}{1.000 \cdot V_2}$$

trong đó:

V_1 —Thể tích dung dịch chuẩn kali bicromat pha từ ống chất chuẩn, cm^3 ;

N —Nồng độ đương lượng của dung dịch chuẩn Kali bicromat, N ;

V_2 —Thể tích dung dịch muối Mo đã dùng để chuẩn độ dung dịch chuẩn kali bicromat, cm^3 ;

25,3315—Đương lượng gam của crom (III) oxit, g .

4.3. Độ chính xác của phương pháp;

%

Hàm lượng crom (III) oxit	Độ lệch cho phép
Từ 40 đến 50	0,35