

<b>QUẶNG TINH CROMIT</b>		TCVN 2730 - 87
Phương pháp xác định hàm lượng can xi oxit		
Концентрат хромовой руд	Concentrate of chromium ore	Có hiệu lực từ 1-7-1988
Метод определения содержания оксида кальция	Method for determin- ation of calcium oxide content	

Tiêu chuẩn này thay thế TCVN 2730-76, quy định phương pháp phân tích hóa học xác định hàm lượng canxi oxit trong quặng tinh crômít bằng phương pháp chuẩn độ complexon. Khi tiến hành xác định nhất thiết phải tuân theo những quy định chung cho các phương pháp phân tích hóa học trong TCVN 2727-87

## 1. BẢN CHẤT PHƯƠNG PHÁP

Hòa tan mẫu quặng trong hỗn hợp axit pecloric và axit nitric. Đuổi phần lớn crôm dưới dạng cromyl clorua, sau đó tách sắt, nhôm, titan và crôm dư dưới dạng kết tủa hidroxít bằng urotropin phần nước lọc đem chuẩn độ bằng complexon III để xác định hàm lượng canxi oxít

## 2. HÓA CHẤT

Axit clohidric (1,19) theo TCVN 2298-78, và dung dịch loãng (1÷100);

Axit pecloric (1,67);

Axit nitric (1,40);

Kali hidroxít, dung dịch 25% ;

Urotropin (hexametylentêtramín), dung dịch 25% ;

Amôni hidroxít, dung dịch 1÷1);

Complexon III (Muối dinatri của HDTA), dung dịch 0,005M;

Pha theo TCVN 1272-72.

Hỗn hợp chỉ thị gồm 0,2 g fluoreaxon, 0,12 g Thymophtalêin và 20g kali nitrat đem nghiền nhỏ và trộn đều;

Natri clorua tinh thể.

### 3. CÁCH TIẾN HÀNH

Cân 0,3g mẫu, cho vào cốc 250cm<sup>3</sup>, tầm ướt mẫu bằng vài giọt nước rồi thêm vào 30cm<sup>3</sup> axit pecloric (1,67) và 5cm<sup>3</sup> axit nitric (1,40). Đậy cốc bằng nắp kính đồng hồ và đun sôi nhẹ đến khi bắt đầu tách ra khói trắng của axit pecloric. Để nguội, tráng thành cốc và nắp kính đồng hồ bằng tia nước rồi lại tiếp tục đun đến bốc khói trắng. Lặp lại động tác trên cho tới khi tan hết mẫu quặng. Cho tiếp vào dung dịch 5g Natri clorua và sau đó là từng giọt axit clohidric (1,19) cho đến khi màu nâu vàng của cromyl clorua bay ra hết (khoảng 10cm<sup>3</sup> axit clohidric), ở đây một phần crôm (VI) bị khử xuống crôm (III). Đậy cốc bằng nắp kính đồng hồ và đun tiếp cho đến khi bốc ra không còn màu vàng nữa. Cho cân thận vào dung dịch từ 50 đến 100cm<sup>3</sup> nước rồi đun sôi trong 2 phút. Để nguội, pha loãng đến thể tích 100cm<sup>3</sup>. Lại đun rồi trung hòa từ từ bằng dung dịch amoni hidroxit (1+1, cho tới khi bắt đầu xuất hiện kết tủa hidroxit. Hòa tan ngay vẫn đục kết tủa đó bằng vài giọt axit clohidric loãng rồi thêm vào 15cm<sup>3</sup> dung dịch urotrofin 25% để kết tủa hoàn toàn các hidroxit

Đun trên bếp cách thủy 15 - 20 phút ở nhiệt độ 70°C. Để nguội, chuyển toàn bộ kết tủa và dung dịch vào bình định mức 250cm<sup>3</sup> và pha nước đến vạch mức. Lắc đều rồi để lắng. Lọc phần dung dịch qua giấy lọc thường và khô vào một cốc khô, phần nước lọc đầu tiên bỏ đi.

Hút ra 100cm<sup>3</sup> nước lọc trên vào bình nón dung tích 250cm<sup>3</sup>. Thêm vào đó 20cm<sup>3</sup> dung dịch kali hidroxit 25% và vài mg hỗn hợp chỉ thị, lắc cho tan hết rồi chuẩn độ bằng dung dịch complexon III 0,005M cho đến khi tắt ánh sáng huỳnh quang màu xanh lá mạ của dung dịch.

## 4. TÍNH KẾT QUẢ.

4.1. Hàm lượng canxi oxit (X) tính bằng phần trăm, xác định theo công thức:

$$X = \frac{(V - V_1) T \cdot 2,5 \cdot 100}{G}$$

trong đó:

V—Thể tích dung dịch Complexon III đã dùng để chuẩn độ dung dịch mẫu,  $m^3$ ;

$V_1$ —Thể tích dung dịch Complexon III đã dùng để chuẩn độ dung dịch mẫu trắng,  $cm^3$ ;

T—Độ chuẩn của dung dịch Complexon III theo canxi oxit  $g/cm^3$

G—Khối lượng mẫu, g

4.2. Độ chuẩn T của dung dịch Complexon III, tính bằng số gam canxi oxit tương ứng với  $cm^3$  dung dịch chuẩn, được xác định theo công thức.

$$T = \frac{g \cdot 56,079}{100,088 \cdot V_2}$$

trong đó:

g—Khối lượng canxi cacbonat lấy để chuẩn độ, g;

56,079—Phân tử gam canxi oxit, g;

100,088—Phân tử gam canxi cacbonat, g;

$V_2$ —Thể tích dung dịch Complexon đã dùng để chuẩn độ canxi cacbonat,  $cm^3$

4.3. Độ chính xác của phương pháp.

%

Hàm lượng canxi oxit	Độ lệch cho phép
Từ 0,25 đến 1	0,08