

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 4424 : 1987

**QUẶNG SA KHOÁNG –
PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG ZIRCONIDIOXIT**

Sandstone – Method for the determination of zirconium dioxide content

HÀ NỘI - 2008

Lời nói đầu

TCVN 4424 : 1987 do Trung tâm vật liệu hạt nhân biên soạn, Viện Năng lượng Nguyên tử quốc gia đề nghị, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng trình duyệt, Ủy ban Khoa học và Kỹ thuật Nhà nước (nay là Bộ Khoa học và Công nghệ) ban hành.

Tiêu chuẩn này được chuyển đổi năm 2008 từ Tiêu chuẩn Việt Nam cùng số hiệu thành Tiêu chuẩn Quốc gia theo quy định tại khoản 1 Điều 69 của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật và điểm a khoản 1 Điều 6 Nghị định số 127/2007/NĐ-CP ngày 1/8/2007 của Chính phủ quy định chi tiết thi hành một số điều của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật.

Quặng sa khoáng –

Phương pháp xác định hàm lượng Zirconidioxidit

Sandstone – Method for the determination of zirconium dioxide content

Tiêu chuẩn này qui định cho việc xác định hàm lượng zirconium có trong tinh quặng zircon tuyển từ sa khoáng ven biển Việt Nam. Khi phân tích phải tuân theo các qui định chung của TCVN 4422 : 1987.

1 Nội dung của phương pháp

Mẫu được nung chảy, hòa tan và tách silic oxit trước khi kết tủa zirconium dưới dạng photphat. Kết tủa được nung và cân dưới dạng pyrophotphat.

2 Thiết bị dụng cụ và hóa chất

2.1 Thiết bị và dụng cụ

Lò nung 1200 °C;

Cân phân tích;

Chén Platin 30 ml;

Chén sứ 30 ml;

Cốc 250 ml và 400 ml;

Bình định mức 500 ml;

Bếp cách thủy;

Bình hút ẩm;

Ống đong 10 ml, 20 ml, 100 ml;

Pipet 50 ml;

Mặt kính đồng hồ;

Giấy lọc băng vàng và băng xanh.

TCVN 4424 : 1987

2.2 Hóa chất

Hỗn hợp để nung chảy: Hỗn hợp natricacbonat và natritetaborat với tỷ lệ khối lượng (1 :1);

Axit clohydric, dung dịch (d = 1,19), (1 + 1) và (1 + 5);

Amoni hidroxit, dung dịch bão hòa và 10%;

Axit sunfuric, dung dịch (d = 1,84), (1 + 1) và 2%;

Diamonihidro photphat dung dịch 10%, mới pha;

Rượu etylic 96%;

Amoni nitrat, dung dịch 5%;

Hidropeoxit, dung dịch 30%;

Axit flohidric, dung dịch 40%;

Natri clorua, dung dịch 10%;

3 Cách tiến hành

Nung 12 g hỗn hợp để nung chảy trong một chén platin đến nhiệt độ 900 °C. Để chén nguội rồi cho vào chén một lượng mẫu cân chính xác từ 0,5 g đến 1 g (lượng mẫu cân lớn hay bé phụ thuộc vào hàm lượng virconi dioxit có trong mẫu). Lại nung chén mẫu ở nhiệt độ 900 °C trong khoảng 30 – 60 phút. Để chén nguội và đặt chén vào một cốc 400 ml. Cho 100 ml dung dịch axit clohydric (1 + 1) vào cốc và đậy cốc bằng một mặt kính đồng hồ. Sau khi khối nung đã tan, gấp chén lên và tráng kỹ chén bằng nước nóng vào cốc. Cho 20 ml rượu etylic vào cốc. Cô cạn thận dung dịch đến gần khô, để nguội rồi cho tiếp 15 ml rượu etylic nữa và lại cô tiếp trên bếp cách thủy đến khô. Tắm ướt kết tủa bằng ít giọt axit clohydric đậm đặc và sấy ở nhiệt độ 110 °C – 120°C trong 2 giờ. Sau khi để nguội cốc, cho 20 ml dung dịch axit clohydric đậm đặc vào cốc. Khuấy kỹ cốc trong 5 phút rồi thêm 100 ml nước nóng để hòa tan kết tủa. Dem lọc dung dịch qua một tờ giấy lọc bằng vàng vào một bình định mức 500 ml (ký hiệu là bình A). Rửa kết tủa trên giấy lọc vài lần mỗi lần chừng 10 ml dung dịch axit clohydric (1+5). Nước rửa cũng thu vào bình A. Cho giấy lọc chứa kết tủa vào một chén ở 900 °C khoảng 30 phút. Sau khi để chén nguội, cho vào chén khoảng 8 ml dung dịch axit flohidric và 5 giọt dung dịch axit sunfuric (1+1) rồi nung mẫu đến khô trong tủ hốt. Phần kết tủa còn lại trong chén được nung với một khối lượng hỗn hợp nung chảy nhiều gấp khoảng 10 lần lượng kết tủa ở 900 °C khoảng 30 phút. Để nguội rồi hòa tan khối nung chảy bằng 25 ml dung dịch axit clohydric (1+1) và cũng chuyển dung dịch này vào bình A. Rót nước cất vào bình A cho đến vạch định mức.

Từ bình A dùng pipet hút chính xác 100 ml dung dịch vào một cốc 250 ml (nếu hàm lượng zirconi dioxit trong mẫu bé hơn 5% thì nên lấy khoảng 150 ml – 200 ml dung dịch từ bình A). Giỏ dần dung dịch amoni hidroxit đậm đặc đến thoáng đục rồi thêm vào 12 ml dung dịch axit sunfuric

đậm đặc, 2 ml dung dịch hidro peoxit, 5 ml dung dịch diamoni hidrophotphat và đun nhẹ hỗn hợp dung dịch này trong khoảng 15 phút. Lọc dung dịch qua một tờ giấy lọc bằng xanh (ký hiệu là L). Rửa kết tủa trên giấy lọc L bằng axit sunfuric 2% có pha thêm 0,1% diamoni hidrophotphat chừng 3 – 4 lần, mỗi lần khoảng 10 ml. Sau đó rửa kết tủa trên giấy lọc vào một cốc 250 ml bằng một ít dung dịch axit sunfuric 2% nóng. Cho thêm vào cốc 100 ml dung dịch axit sunfuric 2%. 2 ml dung dịch hidropeoxit và 5ml dung dịch diamoni hidrophotphat. Đun sôi và lọc lại qua lấy lọc L đã dùng ở trên. Rửa kết tủa trên giấy lọc bằng dung dịch amoni nitrat đến khi nước rửa không còn ion sunfat nữa (kiểm tra bằng dung dịch bari clorua). Chuyển giấy lọc chứa kết tủa vào một bình chén sứ, sấy khô, đốt cháy cẩn thận giấy lọc và nung chén trong lò ở nhiệt độ 1000 °C đến khi khối lượng chén không đổi (khoảng 120 phút).

Chén được để nguội trong bình hút ẩm và cân chính xác lượng kết tủa zirconipyrophotphat tạo thành.

4 Kết quả xử lý

4.1 Hàm lượng phần trăm của zirconio dioxit được tính theo công thức:

$$X = \frac{G_1 \times V \times 0,5180}{G \times V_1}$$

Trong đó:

G_1 là lượng kết tủa zirconipyro photphat, tính bằng g;

G là lượng mẫu cân, tính bằng g;

V là thể tích dung dịch trong bình A, tính bằng ml, ở đây $V = 5000$ l;

V_1 là thể tích dung dịch lấy từ bình A đem phân tích, tính bằng ml;

0,5180 là hệ số chuyển đổi zirconipyro photphat thành zirconidioxit.

4.2 Độ lệch cho phép

Độ lệch giữa các kết quả xác định đồng thời không được vượt quá các giá trị trong bảng dưới đây:

Đơn vị tính %

Hàm lượng ZPO_2	Độ lệch cho phép
Từ 4 đến 5	0,1
Lớn hơn 5 đến 15	0,2
Lớn hơn 15 đến 40	0,3
Lớn hơn 40 đến 65	0,5