

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 4425 : 1987**

**QUẶNG SA KHOÁNG –  
PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG TITAN DIOXIT**

*Sandstone – Method for the determination of titanium dioxide content*

**HÀ NỘI - 2008**

## **Lời nói đầu**

TCVN 4425 : 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 titan dioxit

*Sandstone – Method for the determination of titanium dioxide content*

Tiêu chuẩn này qui định cho việc xác định hàm lượng titan dioxit lớn hơn 2% chủ yếu áp dụng cho các loại tinh quặng ilmenit và 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, titan (IV) được khử thành titan (III) bằng nhôm kim loại. Dùng sắt (III) clorua để chuẩn độ titan (III) với amon thioxianat là chất chỉ thị.

#### 2 Thiết bị dụng cụ và hóa chất

##### 2.1 Thiết bị và dụng cụ

Lò nung 1000 °C;

Cân phân tích;

Chén sắt 30 ml;

Cốc 500 ml và 1000 ml;

Cốc sứ 100 ml;

Bình định mức 1000 ml;

Ống đong 10 ml, 50 ml, 100 ml và 500 ml;

Pipet 25 ml;

Bình tam giác 500 ml;

Phễu;

Giấy lọc băng đỏ.

## **TCVN 4425 : 1987**

### **2.2 Hóa chất**

Axit nitric, dung dịch ( $d = 1,40$ ), (1 + 7);

Axit sunfuric, dung dịch ( $d = 1,84$ );

Axit clohydric, dung dịch ( $d = 1,19$ ) và (1 + 100);

Natri hidroxit, dung dịch 50 g/l;

Natri peoxit;

Natri cacbonat khan và dung dịch 20 g/l;

Hỗn hợp để dung chảy: Hỗn hợp natricacbonat và natri peoxit với tỷ lệ khối lượng (1:3);

Nhôm kim loại;

Titan dioxit;

Sắt (III) clorua;

Amoni thioxianat, dung dịch 100 g/l;

### **3 Chuẩn bị hóa chất**

**3.1** Nhôm kim loại (không chứa titan) ở dạng thanh có đường kính 2 mm – 3 mm, dài khoảng 2,5 cm hoặc dạng tấm mỏng rộng khoảng 5 mm và dài khoảng 2,5 cm. Những thanh nhôm này được ngâm trong một cốc sứ chứa dung dịch natri hidroxit khoảng 5 phút ở nhiệt độ 50 °C – 60°C và rửa bằng nước sôi. Sau đó nhúng chúng vào dung dịch axit nitric (1+7) nóng, trong vài giây rồi rửa ngay bằng nước cất. Sau đó lại ngâm chúng trong nước sôi khoảng 15 phút để làm mềm và xoắn chúng lại.

**3.2** Titan dioxit: Nung trong chén platin ở nhiệt độ 800 °C – 900°C đến khối lượng không đổi.

**3.3** Sắt (III) clorua, dung dịch có nồng độ khoảng 0,025 N (hoặc 0,05 N).

Cân một lượng sắt (III) clorua ngâm nước ( $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) khoảng 6,75 g (hoặc 13,50 g), hòa tan trong một cốc 1000 ml bằng 30 ml dung dịch axit clohydric thêm 500 ml nước và lắc đều tan hết. Rót dung dịch vào một bình định mức 1000 ml rồi thêm nước đến vạch định mức rồi lắc đều.

Độ chuẩn của dung dịch này được xác định như sau:

Cân chính xác một lượng titan dioxit trong khoảng 50 mg -100 mg, trong một chén sứ (không chứa titan) cùng với 2 g natri peoxit ở nhiệt độ 700 °C -750°C trong khoảng 5 phút. Sau khi để nguội đặt chén vào một cốc 500 ml, hòa tan khối nung trong 80 ml nước nóng, nhỏ thêm dần dung dịch axit clohydric ( $d = 1,19$ ) đủ để khối nung tan hoàn toàn rồi cho dư 25 ml dung dịch axit clohydric. Thêm nước cất dung dịch có thể tích khoảng 250 ml và khuấy đều. Việc khử titan IV thành titan (III) và chuẩn độ với dung dịch sắt (III) clorua được tiến hành như ở điều 5 tiếp theo.

Độ chuẩn T của dung dịch sắt (III) clorua theo titandioxit được tính theo công thức:

$$T = \frac{G}{V} \text{ mg/ml}$$

Trong đó:

G là lượng cân titan dioxit, tính bằng mg;

V là thể tích dung dịch sắt (III) clorua cần thiết để chuẩn độ.

#### 4 Cách tiến hành

Cân chính xác một lượng mẫu 0,5 g, trộn đều với khoảng 3 g – 5 g hỗn hợp để nung chảy trong một chén sắt (không chứa titan) và nung ở nhiệt độ 750 °C – 800 °C trong khoảng 10 phút. Sau khi làm nguội bằng nước lạnh, đặt chén vào một cốc 500 ml và hòa tan khối nung bằng 150 ml nước sôi. Gấp chén nung ra và tráng nước kỹ vào cốc đun sôi dung dịch trong khoảng 20 – 30 phút để phân hủy hết peoxit còn dư trong dung dịch. Để yên cho kết tủa lắng xuống. Lọc gạn dung dịch qua giấy lọc bằng đũa có thêm ít bột giấy lọc. Đại bộ phận kết tủa nằm trong giấy lọc được chuyển vào cốc vừa tiến hành kết tủa bằng cách dội vài ml dung dịch axit clohydric đậm đặc lên giấy lọc. Cho tiếp dung dịch axit clohydric vào cốc để hòa tan hoàn toàn kết tủa, sau đó cho thêm 25 ml nữa. (Nếu trong mẫu lượng hàm lượng của crôm oxit và vanadioxit bé hơn 2% thì khối nung được hòa tan trong nước và cho tác dụng ngay với axit clohydric mà không cần lọc kết tủa hidroxit như trên). Lọc lại dung dịch qua một tờ giấy lọc bằng đũa có thêm ít bột giấy lọc vào bình tam giác cổ hẹp 500 ml. Rửa phễu lọc bằng dung dịch axit clohydric (1:100) sao cho thể tích toàn bộ dung dịch trong bình khoảng 150 ml. Đậy bình bằng một mặt kính đồng hồ, đun nóng dung dịch, cho vào bình 2 g nhôm kim loại rồi tiếp tục đun sôi. Khi nhôm đã tan hoàn toàn và đã ngừng thoát ra các bọt khí thì thêm chừng 0,3 g natri cacbonat vào bình để tạo ra môi trường bảo vệ titan (III), khỏi bị không khí oxy hóa. Nút kín bình tam giác.

Sau khi rót 5 ml dung dịch chỉ thị amoni hidroxianat vào bình cần chuẩn độ ngay dung dịch trên bằng dung dịch sắt (III) clorua đến khi xuất hiện màu vàng da cam bền trong vài phút. Cuối quá trình chuẩn độ nên nhỏ từng giọt và lắc đều.

#### 5 Tính kết quả

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

$$X = \frac{T(V - V_1) \times 100}{G}$$

Trong đó:

T là độ chuẩn của dung dịch sắt (III) clorua theo titandioxit, tính bằng g/ml;

V là thể tích dung dịch sắt (III) clorua cần thiết để chuẩn độ mẫu phân tích, tính bằng ml;

## TCVN 4425 : 1987

$V_1$  là thể tích dung dịch sắt (III) clorua cần thiết để chuẩn độ mẫu trắng, tính bằng ml;

G là lượng mẫu phân tích, tính bằng g;

### 5.2 Độ lệch cho phép

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

Đơn vị tính %

Hàm lượng $TiO_2$	Độ lệch cho phép
Nhỏ hơn 2	0,1
Từ 2 đến 5	0,2
Lớn hơn 5 đến 15	0,3
Lớn hơn 15 đến 30	0,4
Lớn hơn 30 đến 50	0,5