

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 4427 : 1987

**QUẶNG SA KHOÁNG -
PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG SẮT**

Sandstone - Method for the determination of iron content

HÀ NỘI - 2008

Lời nói đầu

TCVN 4427 : 1987 do Trung tâm vật liệu hạt nhân – Viện Năng lượng Nguyên tử quốc gia biên soạn, 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 sắt

Sandstone - Method for the determination of iron content

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

1 Nội dung của phương pháp

Mẫu quặng được hoà tan, ion sắt (III) được khử thành ion sắt (II) bằng dung dịch thiếc (II) clorua. Sắt (II) được chuẩn độ bằng dung dịch kali dicromat với chất chỉ thị là natri diphenylamine sunfonat.

2 Thiết bị dụng cụ và hoá chất

2.1 Thiết bị và dụng cụ

Lò nung 1000 °C;

Cân phân tích;

Tủ sấy;

Chén sứ 30 ml;

Cốc 300 ml, 250 ml;

Bình định mức 1000 ml;

Bình 20 l;

Ống đong 10 ml, 100 ml;

Buret 25 ml;

TCVN 4427 : 1987

Bình tam giác rộng miệng 250 ml;

Mặt kính đồng hồ các loại.

2.2 Hoá chất

Axit sunfuric, dung dịch ($d = 1,84$), (1 + 1), (1 + 4) và (1 + 19);

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

Amoni florua, dung dịch 40 %;

Natri diphenylamin sunfonat, dung dịch 0,025 %;

Kali pemanganat, dung dịch 10 %;

Magiê oxit;

Natri cacbonat;

Thuỷ ngân (II) clorua, dung dịch 5 %;

Bột mì (hoặc tinh bột);

Kali dicromat.

3 Chuẩn bị hoá chất

3.1 Hỗn hợp nung

Trộn natri cacbonat với bột mì (hoặc tinh bột) đã sấy khô ở 110°C và magiê oxit đã nung 2 giờ ở nhiệt độ 1000°C theo tỷ lệ khối lượng 6: 4: 1. Bảo quản hỗn hợp nung trong bình kín.

3.2 Thiếc (II) clorua, dung dịch 10 %

Hoà 10 g thiếc (II) clorua trong 50 ml axit clohydric (1 + 2) đun nóng cho tan hết rồi thêm tiếp axit đến 100 ml. Đựng dung dịch trong một lọ thuỷ tinh màu tối và cho vào dung dịch thêm ít hạt thiếc để bảo quản tốt.

3.3 Kali dicromat, dung dịch chuẩn 0,1 N (và 0,2 N)

Cân 4,3895 gam (và 8,7752 g) kali dicromat đã được kết tinh lại và sấy khô ở 180°C đến 200°C trong 2 giờ, cho vào cốc 500 ml và hoà tan trong 300 ml nước. Rót dung dịch vào bình định mức 1000 ml thêm nước đến vạch định mức và lắc đều.

4 Cách tiến hành

Cân chính xác 0,5 g mẫu, trộn đều trong một chén sứ với khoảng 2,0 g hỗn hợp nung. Đổ hỗn hợp ra một tờ giấy lọc không tan phần dính trong chén cũng được lấy ra bằng cách trộn với khoảng 0,1g đến 0,2 g hỗn hợp nung và cũng đổ vào tờ giấy lọc trên. Gói hỗn hợp lại, nén chặt và đặt gói vào một chén sứ đã đổ magiê oxit đầy khoảng 3/4 chén. Giấy lọc được đốt cháy cẩn thận, sau đó chén được nung ở nhiệt độ 950 °C đến 1000 °C trong khoảng 20 phút. Sau khi để nguội, lấy khối nung ra khỏi chén, cho vào bình tam giác rộng miệng 250 ml, cho thêm khoảng 10 ml nước nóng, đun sôi, lắc đều và thêm 1 ml dung dịch amoni florua, rót cẩn thận vào bình trên theo thành bình 25 ml dung dịch axit clohidric và 5 ml dung dịch thiếc (II) clorua. Đậy bình bằng một mặt kính đồng hồ và đun sôi đến khi dung dịch mất màu vàng. Nếu dung dịch vẫn còn màu vàng của ion sắt (III) cần thêm dần dung dịch thiếc (II) clorua đến khi mất màu vàng và cho thêm 0,5 ml thiếc (II) clorua nữa. Thêm nước để dung dịch có thể tích khoảng 100 ml. Sau đó, giở từng giọt kali pemanganat, vừa giở vừa lắc đều đến khi dung dịch có màu vàng. Lại giở từng giọt dung dịch thiếc (II) clorua đến khi dung dịch mất màu vàng và dư một vài giọt.

Cho tiếp vào bình 10 ml dung dịch axit sunfuric (1 + 4). Tráng thành bình bằng nước. Sau khi làm nguội dung dịch, cho thêm 5 ml dung dịch thủy ngân (II) clorua, lắc đều rồi để yên 5 phút. Thêm 10 ml dung dịch natri diphenylamine sunfonat, 4 ml dung dịch amoni florua và tiến hành chuẩn độ ngay bằng một dung dịch chuẩn kali dicromat đến khi dung dịch có màu tím sẫm bên trong khoảng 10 giây đến 20 giây. Việc sử dụng dung dịch chuẩn kali dicromat nào phụ thuộc vào hàm lượng sắt có trong mẫu lớn hay bé.

5 Xử lý kết quả

5.1 Hàm lượng phần trăm của sắt X có trong mẫu, được tính theo công thức:

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

trong đó:

T là độ chuẩn của dung dịch kali dicromat, tính bằng g/ ml, ở đây 1 ml dung dịch chuẩn tương ứng với 0,005 g (và 0,01 g) sắt;

V là thể tích của dung dịch kali dicromat cần thiết để chuẩn độ mẫu quặng, tính bằng ml;

V₁ là thể tích của dung dịch kali dicromat cần thiết để chuẩn độ mẫu trắng, tính bằng ml;

G là lượng mẫu cân để phân tích.

TCVN 4427 : 1987

5.2 Độ lệch cho phép

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

Hàm lượng sắt, %	Độ lệch cho phép, %
Nhỏ hơn hoặc bằng 20	0,3
Lớn hơn 20 đến 40	0,4
Lớn hơn 40 đến 60	0,5
Lớn hơn 60	0,6