

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 4428 : 1987

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

Sandstone -

Method for the determination of silicon dioxide content

HÀ NỘI - 2008

Lời nói đầu

TCVN 4428 : 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 silic dioxit

Sandstone - Method for the determination of silicon dioxide content

Tiêu chuẩn này quy định cho việc xác định hàm lượng silic dioxit có trong tinh quặng ilmenit và sircon 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 được nung chảy, hoà tan, axit silicic được đông tụ bằng gelatin. Kết quả được nung và được cân ở dạng silic dioxit.

2 Thiết bị dụng cụ và hoá chất

2.1 Thiết bị và dụng cụ

Lò nung 1000 °C;

Cân phân tích;

Chén platin 30 ml;

Bình hút ẩm;

Ống đong 10, 20 và 50 ml;

Cốc 250 ml;

Mặt kính đồng hồ;

Giấy lọc băng vàng;

2.2 Hoá chất

Axit clohydric, dung dịch (d = 1,19), (2 + 1), (1 + 1);

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

TCVN 4428 : 1987

Axit nitric dung dịch (d = 1,4);

Axit flohydric dung dịch 47 %;

Nidropeoxit, dung dịch 30 %;

Natri cacbonat;

Gelatin, dung dịch 1 %: Cần pha mới;

Cân 1 gam gelatin cho vào một cốc 250 ml, thêm 30 ml đến 40 ml nước và để yên một giờ. Sau đó đun và khuấy cho tan rồi thêm nước đến 100 ml.

3 Cách tiến hành

Cân chính xác 0,5 g mẫu, trộn kỹ với 0,7 gam natri cacbonat trong một chén platin. Nung chén ở nhiệt độ 900 °C đến 1000 °C trong khoảng 30 phút. Dùng nước tráng sạch bên ngoài chén rồi đặt chén vào một cốc 250 ml cho vào cốc 30 ml dung dịch axit clohydric (2 %), đậy cốc bằng một mặt kính đồng hồ và đun đến khi khối nung tan hoàn toàn. Gấp chén ra và tráng chén bằng ít nước. Cô dung dịch thu được đến trạng thái gần khô, thêm một 1 ml dung dịch axit clohydric đậm đặc, đun nóng và cho tiếp vài giọt hydropeoxit, 10 ml dung dịch gelatin, khuấy kỹ trong 3 phút và để yên 15 phút. Sau đó cho vào cốc 50 ml nước nóng, 5 ml dung dịch axit clohydric (1 + 1), khuấy đều rồi để yên cho kết tủa lắng xuống. Lọc kết tủa bằng giấy lọc băng vàng có thêm ít bột giấy lọc. Kết tủa được rửa 12 lần mỗi lần chừng 5 ml dung dịch axit clohydric (1 + 100) nóng.

Nếu hàm lượng silicdioxit trong mẫu lớn hơn 20 % thì phần nước lọc được tiếp tục xử lý để tách thêm axit silicic một lần nữa. Đem nước lọc và cả phần nước rửa đun sôi cho thêm 10 ml đến 15 ml axit nitric, cô dung dịch đến trạng thái gần khô lại thêm 10 ml dung dịch axit clohydric, cô đến gần khô và tiếp tục xử lý, như phần trên.

Sau đó cho toàn bộ giấy lọc và kết tủa vào một chén platin, sấy khô và đốt cháy cẩn thận giấy lọc rồi nung chén ở 1000 °C đến khối lượng không đổi (khoảng 50 đến 60 phút). Chén được làm nguội trong một bình hút ẩm và đem cân chính xác để biết khối lượng G_1 . Sau đó thêm 4 giọt dung dịch axit sunfuric (1 + 1) và 5 ml dung dịch axit flohydric, rồi cô trong tủ hốt đến khi khí sunfurơ bay hết. Nung chén ở nhiệt độ 1000 °C đến khi khối lượng không đổi, để nguội trong bình hút ẩm và lại cân để có khối lượng G_2 .

4 Tính kết quả

4.1 Hàm lượng phần trăm của silic dioxit X, được tính theo công thức:

$$X = \frac{(G_1 - G_2) - (G_3 - G_4)}{G} \cdot 100$$

trong đó

G là lượng mẫu cân để phân tích, tính bằng gam;

G_1 là khối lượng chén trước khi xử lý với dung dịch axit flohydric, tính bằng gam;

G_2 là khối lượng chén sau khi xử lý với dung dịch axit flohydric, tính bằng gam;

G_3 và G_4 là khối lượng của chén làm mẫu trắng trước và sau khi xử lý với dung dịch axit flohydric, tính bằng gam;

4.2 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 SiO_2 , %	Độ lệch cho phép, %
Nhỏ hơn hoặc bằng 2	0,1
Lớn hơn 2 đến 5	0,2
Lớn hơn 5 đến 10	0,3
Lớn hơn 10 đến 15	0,4
Lớn hơn 15 đến 25	0,5
Lớn hơn 25 đến 40	0,6