

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 4429 : 1987

**QUẶNG SA KHOÁNG -
PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CANXI OXIT**

Sandstone - Method for the determination of calcium oxide content

HÀ NỘI - 2008

Lời nói đầu

TCVN 4429 : 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 canxi oxit

Sandstone - Method for the determination of calcium oxide content

Tiêu chuẩn này quy định cho việc xác định tổng hàm lượng canxi oxit có trong tinh quặng ilmenit và zircon tuyền 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 nung chảy với natri cacbonat, tách silic bằng cách cô cạn với dung dịch axit clohidric, tách các ion kim loại hoá trị III bằng cách kết tủa với amoni hidroxit. Canxi trong dung dịch được chuẩn độ bằng complexon III có fluorexon làm chất chỉ thị.

2 Thiết bị dụng cụ và hoá chất

2.1 Thiết bị và dụng cụ

Lò nung 1000 °C;

Tủ sấy 200 °C;

Cân phân tích;

Pipet 5, 10, 25 và 50 ml;

Ống đong 10, 50 và 100 ml;

Mặt kính đồng hồ;

Giấy lọc băng vàng;

Buret 25 ml;

TCVN 4429 : 1987

Cốc 250 ml;

Bình định mức 250 và 1000 ml;

Chén platin 30 ml;

Bình nón 250 ml;

Phễu.

2.2 Hoá chất

Natri cacbonat;

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

Hidro peoxit, dung dịch 30 %;

Amoni hidroxit, dung dịch 35 %;

Axit sunfuric (1 + 1);

Kali hidroxit, dung dịch 20 % và 1 %;

Kalixyanua, dung dịch 5 % trong kalihidroxit 1 %;

Axit flohidric, dung dịch 47 %;

Urotropin, dung dịch 25 %;

Complexon III, dung dịch 0,01 M và 0,05 M;

Gelatin, dung dịch 25 mg/ ml;

Fluorexon, dung dịch 0,1 %;

3 Cách tiến hành

Cân chính xác 0,5 g mẫu, cho vào chén platin và trộn với 3 g natri cacbonat rồi nung ở nhiệt độ 950 °C trong 20 phút. Lấy chén ra, lắc nhẹ ít vòng cho mẫu trộn dần rồi tiếp tục nung thêm 20 phút lấy chén ra, lắc cho khối nung chảy bám đều quanh thành chén rồi để nguội. Đặt chén vào một cốc 250 ml. Rót từ từ 50 ml dung dịch axit clohidric (1 + 1) vào cốc rồi đun nóng đến tan hết khối nung. Gấp chén ra, tráng kỹ bằng nước vào cốc. Lấy mặt kính đồng hồ đậy cốc và cô dung dịch đến gần khô. Sau đó cho vào cốc 2 ml dung dịch axit clohidric đậm đặc, đun nóng, cho tiếp vài giọt hidropeoxit, khuấy đều rồi cho thêm 10 ml dung dịch gelatin. Khuấy cốc 3 phút rồi để yên 15 phút. Cho thêm vào cốc 5 ml dung dịch axit clohidric (1 + 1) nữa và khoảng 60 ml nước nóng, khuấy đều và để lắng kết tủa khoảng 30 phút. Lọc kết tủa axit silinic bằng giấy lọc bằng vàng có lót bột giấy lọc. Rửa kỹ kết tủa bằng dung dịch axit clohidric (1 + 100). Gộp nước lọc và nước rửa lại với nhau (ký hiệu là nước lọc A) và giữ lại. Cho cả giấy lọc và kết tủa vào một chén

platin, sấy khô và đốt cháy giấy lọc cẩn thận rồi nung chén ở nhiệt độ 600 °C. Sau khi để nguội, tẩm ướt chén bằng vài giọt nước rồi cho thêm 5 giọt dung dịch axit sunfuric (1 + 1), 5 ml dung dịch axit flohidric và cô cạn khô. Tiếp đó cho thêm vào chén 1 g natri cacbonat và nung ở 950 °C. Khi chén nguội, hòa tan khối nung bằng dung dịch a clohidric (1 + 1) và đem gộp dung dịch này với nước lọc A. Thêm vào dung dịch đó 5 ml dung dịch axit clohidric đậm đặc, 3 ml dung dịch axit nitric đậm đặc rồi đun sôi để loại hết khí cacbonic. Cô cạn dung dịch đến thể tích 150 ml, để nguội, thêm dung dịch amoniac đến khi dung dịch có pH 2 đến 3 (theo giấy chỉ thị tổng hợp) và thêm 15 ml dung dịch urotropin rồi đun cẩn thận đến 90 °C (tránh đun sôi). Sau đó đổ tất cả hỗn hợp tạo thành vào một bình định mức 250 ml và pha thêm nước đến vạch định mức, lọc hỗn hợp này qua một tờ giấy lọc khô và hứng nước lọc vào một bình khô. Dùng pipet hút 25 ml đến 50 ml nước lọc vào một bình tam giác, cho thêm 20 đến 30 giọt dung dịch kalihydroxit 20 %, 10 giọt dung dịch kalixyanua 5 %, lắc đều, để yên vài phút rồi cho thêm vài giọt dung dịch fluorexon. Khi có canxi dung dịch sẽ phát huỳnh quang màu vàng. Dùng dung dịch complexon III để chuẩn độ đến khi dung dịch tắt huỳnh quang và chuyển sang màu hồng sáng.

4 Tính kết quả

4.1 Hàm lượng phần trăm của canxi oxit, được tính theo công thức:

$$X = \frac{T(V_M - V_0)V}{G \cdot V_1} \cdot 100$$

trong đó

T là độ chuẩn của dung dịch complexon III theo canxi oxit, 1 ml dung dịch complexon III 0,001 M tương ứng với 0,00056 g CaO;

V_M là thể tích dung dịch complexon III cần thiết khi chuẩn độ mẫu, tính bằng ml;

V_0 là thể tích dung dịch complexon III cần thiết khi chuẩn độ mẫu trắng, tính bằng ml;

V_t là thể tích toàn bộ dung dịch mẫu, tính bằng ml, ở thí nghiệm trên $V_t = 250$ ml;

V_i là thể tích của dung dịch lấy ra từ thể tích V_t để chuẩn độ, tính bằng ml;

G là lượng mẫu phân tích, tính bằng g.

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 CaO, %	Độ lệch cho phép, %
Nhỏ hơn hoặc bằng 1	0,1
Lớn hơn 1 đến 3	0,2
Lớn hơn 3 đến 5	0,3
Lớn hơn 5 đến 10	0,4