

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 6532 : 1999**

**ISO 8833 : 1989**

**MANHETIT DÙNG TRONG TUYỂN THAN –  
PHƯƠNG PHÁP THỬ**

*Magnetite for use in coal preparation –  
Test methods*

**HÀ NỘI - 2008**

## Lời nói đầu

TCVN 6532 : 1999 hoàn toàn tương đương với ISO 8833 : 1989.

TCVN 6532 : 1999 do Ban Kỹ thuật Tiêu chuẩn TCVN/TC 27 “Nhiên liệu khoáng rắn” biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học, Công nghệ và Môi trường (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.

## **Lời giới thiệu**

Yêu cầu cơ bản đối với vật liệu dùng làm huyền phù môi trường nặng là trơ, có khối lượng riêng cao và dễ thu hồi. Trong tuyển than, khoáng vật manhetit ( $\text{FeO} \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$ ) là vật liệu được dùng thông dụng nhất, không chỉ vì nó đáp ứng đầy đủ các tiêu chuẩn nêu trên mà còn do quặng sắt là sản phẩm khai thác mỏ phổ biến hơn các khoáng vật khác. Giống như các khoáng vật khác, manhetit hiếm khi ở trạng thái tinh khiết mà thường có lẫn khoáng vật thải có thể có khối lượng riêng thấp hơn và ảnh hưởng đến tính chất sắt từ. Thêm nữa, cũng như các khoáng vật khác trong nhóm spinel là có thể có sự thay thế của ion hoá trị hai hoặc ba bằng ion của các kim loại khác (thí dụ  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Mn}^{2+}$ ,  $\text{Al}^{3+}$ ,  $\text{Cr}^{3+}$ ,  $\text{Mn}^{3+}$ ). Sự biến đổi này có thể ảnh hưởng mạnh đến hiệu quả của các khâu thu hồi và đặc biệt quan trọng khi thiết kế xưởng tuyển than - ở chỗ nhà chế tạo máy tuyển từ được thông báo về nguồn manhetit đưa sử dụng và nếu có thể cần được cung cấp mẫu thử.

Mục đích của tiêu chuẩn này là cung cấp các cơ sở để thử manhetit sử dụng trong tuyển than, đáp ứng cho các bên tham gia hợp đồng bán và mua manhetit, cho các kỹ sư tuyển than trong thiết kế và kiểm tra chất lượng.

Các phép thử qui định trong tiêu chuẩn này giúp cho người sử dụng lựa chọn manhetit dùng làm huyền phù nặng và cung cấp cơ sở để kiểm tra chất lượng. Không qui định thành yêu cầu kỹ thuật để áp dụng cho một nhà máy cụ thể nào.

Các phép thử qui định đảm bảo các tính chất của manhetit phù hợp cho mục đích tuyển than được thử nghiệm một cách dễ dàng và thoả đáng.

Các tính chất này là:

- a) hàm lượng ẩm;
- b) thành phần độ hạt;
- c) hàm lượng tổng manhetit;
- d) khối lượng riêng;
- e) hàm lượng tổng sắt;
- f) hàm lượng sắt II;
- g) các tính chất cơ bản của manhetit

Để đánh giá manhetit từ nguồn mới có thể yêu cầu tất cả các phép thử nêu trên. Nhưng kiểm tra định kỳ thì chỉ cần thử về độ ẩm, thành phần độ hạt, hàm lượng tổng manhetit và khối lượng riêng là đủ.

Các phép thử về tính chất cơ bản của manhetit không được mô tả bởi vì xác định các thông số tương ứng đòi hỏi các dụng cụ và kỹ thuật rất đặc biệt và nó có thể thực hiện được ở các trường đại học hoặc viện nghiên cứu, nơi có các chuyên gia giàu kinh nghiệm đo lường thực hiện. Có sự

thiếu nhất trí về các thông số của manhetit là thích hợp trong phạm vi của tiêu chuẩn này. Những người có liên quan phải quyết định tính chất nào cần đo. Tuy nhiên có một vài bằng chứng để đề nghị thừa nhận là chấp nhận hướng dẫn để dễ thu hồi manhetit, thời điểm bão hoà từ là thời điểm đo độ sạch của các hạt manhetit tự nhiên.

Tiêu chuẩn này áp dụng riêng cho các phép thử về manhetit, không dùng cho các phép thử đặc biệt cho huyền phù môi trường nặng mà trong đó manhetit ở dạng pha rắn.

## Manhetit dùng trong tuyển than – Phương pháp thử

*Magnetite for use in coal preparation – Test methods*

### 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp lấy mẫu và thử manhetit dùng trong tuyển than.

Các phương pháp thử chủ yếu áp dụng cho manhetit đã nghiền, kích thước hạt lớn nhất thường nhỏ hơn 250  $\mu\text{m}$ . Tuy vậy các phép thử cũng áp dụng cho manhetit chưa nghiền có kích thước hạt giới hạn trên khoảng 500  $\mu\text{m}$ .

### 2 Tiêu chuẩn trích dẫn

ISO 648:1977 Dụng cụ thuỷ tinh thí nghiệm – Pipet một vạch mức.

ISO 2591:1973 Quá trình sàng thử nghiệm.

ISO 2597:1985 Quặng sắt – Xác định hàm lượng tổng sắt – Phương pháp chuẩn độ.

ISO 3081:1986 Quặng sắt – Lấy mẫu đơn – Phương pháp thủ công.

ISO 3083:1986 Quặng sắt – Chuẩn bị mẫu – Phương pháp thủ công.

ISO 3310-1:1982 Sàng thử nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật và thử nghiệm – Phần 1: Sàng lưới kim loại.

### 3 Lấy mẫu

#### 3.1 Qui định chung

Lấy mẫu tiến hành theo ISO 3081, trong đó qui định trình tự lấy mẫu quặng sắt khi chất tải và tháo dỡ khỏi băng tải, toa xe đường sắt, bunke, tàu thuyền và đóng bãi theo phương pháp thủ công, phụ thuộc vào các điều sau đây.

Nếu có thể, tiến hành lấy mẫu khi chuyển tải vật liệu, sử dụng xẻng lấy mẫu đơn phù hợp với ISO 3081.

## TCVN 6532 : 1999

Nếu không thể tiến hành lấy mẫu khi chuyển tải vật liệu thì sử dụng xiên lấy mẫu (xem hình 1) để lấy mẫu vật liệu đã đóng hoặc đã chất đống nhỏ, và sử dụng khoan xoáy (xem hình 2) để lấy mẫu từ kho dự trữ, toa xe, tàu thuyền, ... hoặc ở những vị trí mà vật liệu đã kết chặt.

Khi lấy mẫu manhetit chứa trong bao kín sử dụng qui trình sau

- lựa chọn một số bao phù hợp với yêu cầu ghi ở bảng 1;
- mở bao và làm nghiêng chúng để xiên lấy mẫu có thể cắm nghiêng một góc so với phương ngang. Cắm xiên ngập qua khe ở phần dưới và xoay xiên trọn hai vòng;
- xoay ngược  $180^\circ$  mở khe đến hết cỡ rồi rút xiên chứa mẫu đơn khỏi bao;
- đặt mẫu đơn vào thùng chứa có nắp kín.
- Lặp lại trình tự này đến khi tất cả các bao được lấy mẫu và khối lượng mẫu đạt khoảng 1 kg.

**Bảng 1 - Số lượng nhỏ nhất các bao cần lấy mẫu**

Số lượng bao trong lô	Số lượng nhỏ nhất các bao cần lấy mẫu
< 5	Tất cả các bao
5 ÷ 250	5
> 250	1 trên 50 (đến gần 50 bao)

Khi sử dụng khoan xoáy, vật liệu ở kho dự trữ hoặc đã chất tải sẽ được lấy mẫu một cách có hệ thống ở các độ sâu khác nhau bao gồm cả đáy đống, đảm bảo lấy được mẫu đại diện.

### 3.2 Chuẩn bị mẫu

Mẫu thô, mẫu phụ hoặc mẫu đơn lấy được theo ISO 3081 được chuẩn bị phù hợp với ISO 3083, phụ thuộc vào các điều khoản sau đây.

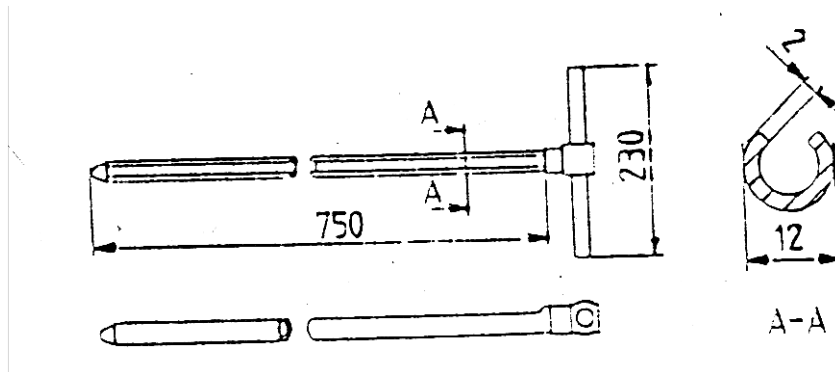
- nếu thấy khó phân chia mẫu do mẫu quá ướt thì phải sấy mẫu để khắc phục khó khăn này. Nếu cần, xác định hàm lượng ẩm trước khi sấy;
- nếu kích thước lớn nhất hạt manhetit còn lớn đến mức phải nghiền tiếp để phù hợp với quá trình chuẩn bị mẫu thì lấy các mẫu riêng để xác định ẩm, để phân tích cỡ hạt và phân tích lý/hoá. Khối lượng mẫu cho từng phép thử được qui định ở ISO 3083;

Manhetit sử dụng trong tuyển than thường ở dạng đã nghiền. Do đó, nhìn chung không cần phải nghiền nữa và nó đáp ứng đủ mẫu cho tất cả các mục tiêu phân tích. Mẫu này có khối lượng không nhỏ hơn 1 kg và được bảo quản trong túi;

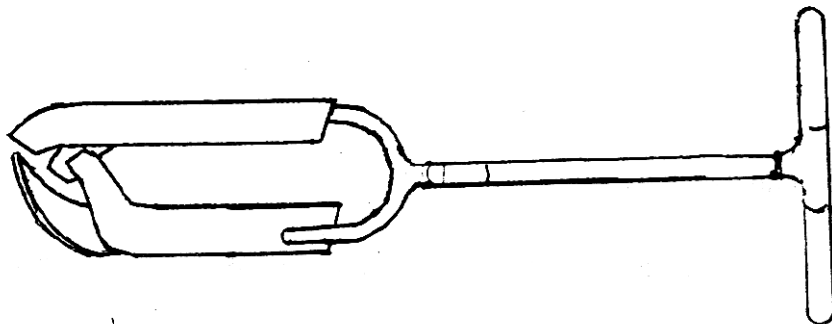
- nếu lấy mẫu để so sánh giữa các bên tham gia hợp đồng thì ít nhất phải lấy bốn mẫu. Ba mẫu dự định cho bên bán, bên mua và trọng tài. Còn một mẫu lưu;

d) phân chia mẫu tiếp theo để nhận các mẫu thử cho từng phép phân tích cụ thể phải được tiến hành phù hợp với việc sử dụng phương pháp phân chia mẫu đơn qui định trong ISO 3083. Phân chia mẫu sử dụng máng chia hoặc dụng cụ tương tự khác, hoặc lấy mẫu ở các điểm ngẫu nhiên, có thể sử dụng các phương pháp được chỉ định mà không có sai lệch đáng kể.

Kích thước tính bằng milimet



Hình 1 - Xiên lấy mẫu (các kích thước điển hình)



Chú thích – Đường kính và chiều dài khác nhau phụ thuộc vào cỡ đồng

Hình 2 - Khoan xoáy lấy mẫu

#### 4 Xác định hàm lượng ẩm

## **4.1 Qui định chung**

Hàm lượng ẩm chung của lô là yêu cầu của mục đích thương mại và an toàn vận chuyển. Hàm lượng ẩm chung của mẫu đã chuẩn bị cho phân tích phòng thí nghiệm cũng là yêu cầu cần biết để chuyển đổi các kết quả phân tích trên cơ sở khô.

Hàm lượng ẩm chung của lô thường là yêu cầu để của các điều lệ hàng hải khác nhau, như khi hàm lượng ẩm vượt quá mức qui định, nó có thể là kết quả của những vấn đề ổn định khi chở bằng tàu thuyền.

Hàm lượng ẩm chung được xác định hoặc trong một giai đoạn hoặc trong hai giai đoạn khi ẩm tự do và hàm lượng ẩm khô - không khí được xác định riêng rẽ. Phương pháp sau cùng này sử dụng khi yêu cầu khối lượng lớn hoặc khi cần phải sấy sơ bộ để tiến hành chuẩn bị mẫu (xem 3.2).

Trong cả hai phương pháp mục tiêu chỉ là xác định hàm lượng ẩm chung, nhưng điều đó cho thấy rằng các hợp chất lưu huỳnh có mối liên kết lỏng lẻo trong mạng manhetit cũng có thể bị tách ra. Nhìn chung, sai số này là không quan trọng.

Phép thử được thực hiện trên khối lượng khoảng 1 kg đối với mẫu lô và khối lượng 100 g đối với mẫu chuẩn bị để phân tích phòng thí nghiệm.

Mẫu thô lấy từ lô, phải chuẩn bị và thử nghiệm ít nhất là bốn mẫu hàm lượng ẩm. Nơi có thể phải tiến hành xác định mẫu đúp trên các mẫu phân tích phòng thí nghiệm.

## **4.2 Dụng cụ và thiết bị**

### **4.2.1 Khay sấy bằng vật liệu không ăn mòn.**

Chú thích – Lượng chứa ít nhất trong diện tích 9 dm<sup>2</sup> là 1 kg mẫu thử, trong diện tích 1,5 dm<sup>2</sup> là 100 g mẫu thử.

### **4.2.2 Cân**

- a) Cân có khả năng cân đến 5 kg với sai số  $\pm 0,1$  g.
- b) Cân có khả năng cân đến 200 g với sai số  $\pm 0,01$  g.

4.2.3 Tủ sấy: Có khả năng duy trì nhiệt độ trong khoảng từ 105°C đến 110°C và chứa được các khay sấy.

### **4.2.4 Bình hút ẩm.**

## **4.3 Các phép cân**



Tất cả các phép cân mô tả trong 4.4 và 4.5 phải sử dụng các cân thích hợp (4.2.2) với sai số  $\pm 0,1$  g cho mẫu thử là 1 kg, với sai số  $\pm 0,01$  g cho mẫu thử là 100 g.

#### 4.4 Phương pháp 1: Phương pháp một giai đoạn

##### 4.4.1 Mẫu thử

Lấy mẫu thử khoảng 1 kg hoặc khoảng 100 g (xem 4.1 và 4.3) từ mẫu phù hợp với 3.2.

##### 4.4.2 Tiến hành thử

Cân khay sấy (4.2.1), khô, sạch ( $m_1$ ), rải mẫu đều vào khay rồi cân lại ( $m_2$ ).

Đặt khay hở vào tủ sấy (4.2.3) đã duy trì nhiệt độ trong khoảng từ 105°C đến 110°C và sấy khô đến khối lượng không đổi ( $m_3$ ). Cân khay sau khi làm nguội trong trường hợp mẫu thử là 1 kg hoặc sau khi khay và mẫu làm nguội trong bình hút ẩm (4.2.4) trong trường hợp mẫu thử là 100 g.

##### 4.4.3 Biểu thị kết quả

Hàm lượng ẩm chung (M) của mẫu biểu thị bằng phần trăm khối lượng theo công thức:

$$M = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \times 100$$

trong đó

$m_1$  là khối lượng của khay sấy, tính bằng gam;

$m_2$  là khối lượng ban đầu của khay sấy và mẫu thử, tính bằng gam;

$m_3$  là khối lượng cuối cùng của khay sấy và mẫu thử sau khi sấy, tính bằng gam.

Lấy kết quả đến một số thập phân.

#### 4.5 Phương pháp 2: Phương pháp hai giai đoạn

##### 4.5.1 Hàm lượng ẩm tự do

Khối lượng mẫu và qui trình thử là yếu tố chính để chọn phương pháp một giai đoạn, ngoại trừ mẫu đã đạt khối lượng không đổi do phơi ngoài trời ở nhiệt độ môi trường, tốt hơn là bằng cách sấy trong tủ sấy.

Trong phép thử này chỉ cần để mẫu đạt trạng thái xấp xỉ cân bằng vì lượng ẩm còn lại nào đó sẽ bị loại trừ trong giai đoạn hai xác định hàm lượng ẩm khô không khí.

Hàm lượng ẩm tự do (FM) của mẫu biểu thị bằng phần trăm khối lượng theo công thức:

$$m_2 - m_3$$

## TCVN 6532 : 1999

$$FM = \frac{\quad}{m_2 - m_1} \times 100$$

trong đó

$m_1$  là khối lượng của khay sấy, tính bằng gam;

$m_2$  là khối lượng ban đầu của khay sấy và mẫu thử, tính bằng gam;

$m_3$  là khối lượng cuối cùng của khay sấy và mẫu thử sau khi sấy, tính bằng gam.

### 4.5.2 Hàm lượng ẩm khô không khí

Lấy khoảng 100 g mẫu thử từ mẫu đã sử dụng trong xác định hàm lượng ẩm tự do (4.5.1), nếu cần sử dụng mẫu phụ.

Thực hiện qui trình như mô tả trong 4.4.2.

Tính hàm lượng ẩm khô không khí (ADM) của mẫu biểu thị bằng phần trăm khối lượng theo công thức:

$$ADM = \frac{m_5 - m_6}{m_5 - m_4} \times 100$$

trong đó

$m_4$  là khối lượng của khay sấy, tính bằng gam;

$m_5$  là khối lượng ban đầu của khay sấy và mẫu thử, tính bằng gam;

$m_6$  là khối lượng cuối cùng của khay sấy và mẫu thử sau khi sấy, tính bằng gam.

### 4.5.3 Biểu thị kết quả

Hàm lượng ẩm chung của mẫu biểu thị bằng phần trăm khối lượng được tính theo công thức:

$$FM + ADM = \frac{100 - FM}{100}$$

trong đó

FM là hàm lượng ẩm tự do, biểu thị bằng phần trăm khối lượng;

ADM là hàm lượng ẩm khô - không khí, biểu thị bằng phần trăm khối lượng.

Lấy kết quả đến một số thập phân.

## 5 Xử lý mẫu trước khi phân tích thí nghiệm

Sấy manhetit trong giai đoạn chuẩn bị mẫu hoặc tiếp sau có thể là nguyên nhân làm manhetit tạo thành các kết tụ hoặc đôi khi vón cục. Vón cục chỉ có khi sấy manhetit quá ướt trong lò.

Nếu thấy có kết tụ trong mẫu sấy thì cần phục hồi mẫu trở lại dạng hạt rời rạc ban đầu. Cách tốt nhất là sử dụng con lăn bọc cao su để phá vỡ các kết tụ; cũng có thể dùng rây thí nghiệm có lỗ lưới 106  $\mu\text{m}$  để tách riêng các cục kết tụ khỏi các hạt rời rạc. Nếu cần đưa mẫu phân tích cỡ hạt thì phải làm cẩn thận để mẫu không bị thay đổi kích thước hạt.

Nếu các kết tụ là các liên kết rắn chắc hoặc mẫu bị vón cục đến mức không thể phục hồi dạng ban đầu thì loại bỏ mẫu. Chuẩn bị mẫu thêm trong điều kiện khô - không khí và sử dụng mẫu này cho các phân tích tiếp theo.

Khử từ mẫu trước khi phân tích là tiện lợi. Tuy vậy, trong mọi trường hợp không được sử dụng mẫu đã khử từ để xác định hàm lượng manhetit hoặc các tính chất từ cơ bản.

Nếu không có các qui định nào khác thì toàn bộ mẫu phân tích đã chuẩn bị được sấy đến khối lượng không đổi như mô tả trong 4.4.2 và làm nguội trong bình hút ẩm trước khi sấy mẫu phụ. Nếu các phân tích tiến hành trên mẫu khô - không khí thì phải xác định hàm lượng ẩm khô không khí để tính chuyển các kết quả phân tích sang cơ sở khô. Khối lượng khô của mẫu thử được tính theo công thức

$$m_d = m_{ad} \frac{100 - ADM}{100}$$

trong đó

$m_d$  là khối lượng khô của mẫu thử, tính bằng gam;

$m_{ad}$  là khối lượng khô - không khí của mẫu thử, tính bằng gam;

ADM là hàm lượng ẩm khô - không khí, biểu thị bằng phần trăm khối lượng.

## 6 XÁC ĐỊNH THÀNH PHẦN CỖ HẠT

### 6.1 Qui định chung

Thành phần cỡ hạt được xác định bằng cách sử dụng các rây và phân cấp rây phụ.

Chú thích – Trong phạm vi tiêu chuẩn này, thuật ngữ “rây phụ” được hiểu là kích thước hạt nhỏ hơn 38  $\mu\text{m}$ .

Do manhetit dễ tạo thành các kết tụ nên là khi xác định thành phần cỡ hạt của manhetit từ nguồn mới thì cần kiểm tra sự hiện diện của kết tụ bằng kính hiển vi đối với mẫu thử và các cấp hạt. Tuy vậy, không dùng kính hiển vi để phân tích cỡ hạt vì các kết quả là quá chủ quan.

## **TCVN 6532 : 1999**

Mẫu đã dùng xác định cỡ hạt không được dùng cho các phép thử khác hoặc cho các mục đích có thay đổi về khối lượng hoặc cỡ hạt.

### **6.2 Phân tích sàng (rây)**

Các rây phải có lỗ vuông và phải phù hợp với ISO 3310-1. Số rây sử dụng và khoảng giữa cỡ lỗ liên tiếp phải phủ kín khoảng kích thước của vật liệu đến giới hạn dưới là 38  $\mu\text{m}$ .

Chú thích – Số rây sử dụng thường không nhỏ hơn 4.

Khối lượng mẫu từ 25 g đến 100 g.

Thực hiện phương pháp rây ướt theo ISO 2591.

Biểu thị kết quả bằng phần trăm khối lượng lọt lưới rây.

### **6.3 Phân tích rây phụ**

Phân tích rây phụ đối với manhetit là khó vì các hạt bị kết dính lại do từ trường của quả đất. Để loại trừ điều đó thường sử dụng cả hai phương pháp lắng gạn và lắng ngược dòng, tốt nhất là khi phân tích có sử dụng phân cấp ly tâm. Yêu cầu cơ bản là phá mọi kết dính mà không suy giảm chất lượng hạt.

Khối lượng mẫu phụ thuộc vào phương pháp thực hiện cụ thể nhưng không được nhỏ hơn 10 g.

Biểu thị kết quả bằng phần trăm khối lượng.

## **7 Xác định tổng hàm lượng chất có từ tính**

### **7.1 Qui định chung**

Tinh quặng manhetit thường được chuẩn bị trên máy tuyển từ vĩnh cửu. Ở nhà máy tuyển than, thu hồi và cô đặc môi trường manhetit được thực hiện bằng các thiết bị tương tự. Tổng hàm lượng chất có từ tính của vật liệu là lượng thu hồi cuối cùng có thể đạt được. Nó không đề ra chỉ số nào tương tự như hiệu quả của hệ thống thu hồi nhưng nó cung cấp những chỉ dẫn cho người chế tạo máy và những thông số có ích để kiểm tra sơ bộ.

### **7.2 Dụng cụ**

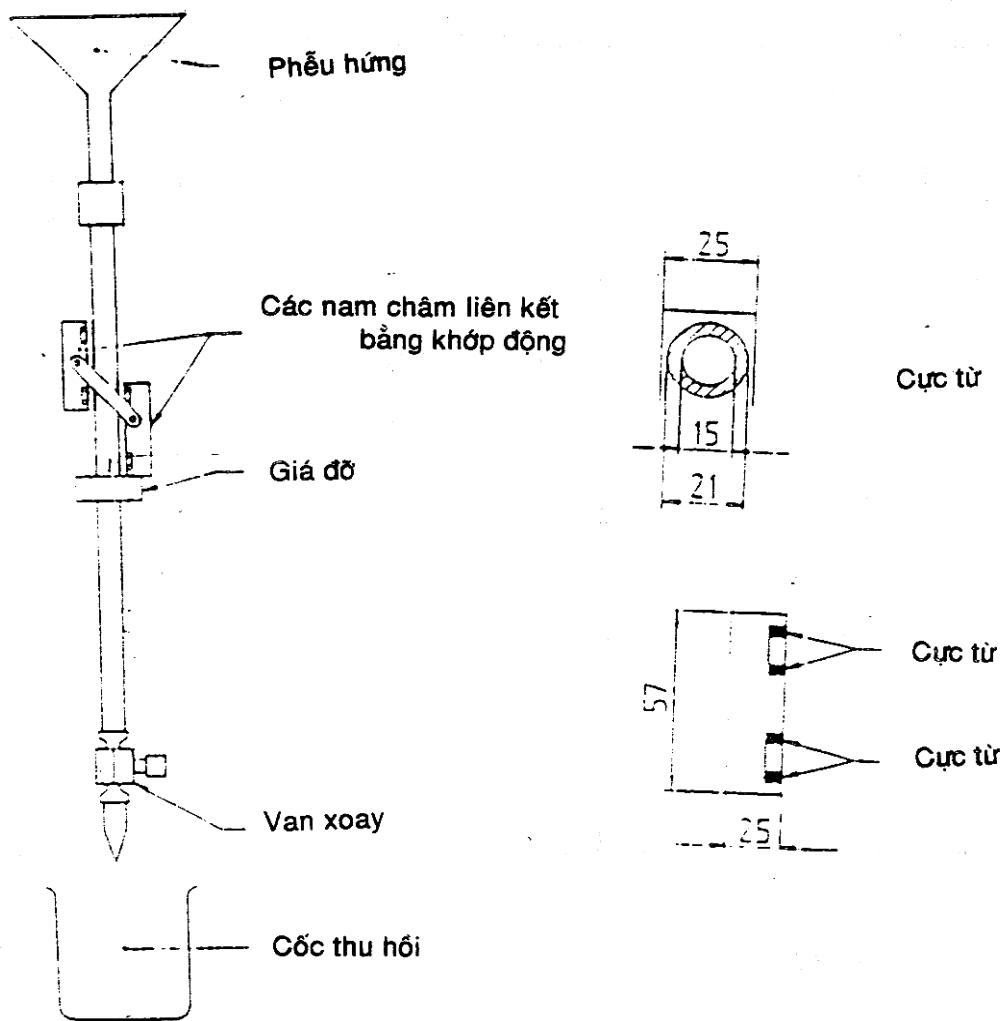
Dụng cụ nêu trên hình 3 và gồm chủ yếu là một ống thủy tinh 8 mm, dài khoảng 500 mm, lắp với nam châm có cường độ từ trường không nhỏ hơn 60 mT ở tâm ống. Ống thủy tinh và nam châm được đỡ bằng giá lắp đứng.

Chú thích – Từ trường của nam châm không được đổi khác.

### 7.3 Cách tiến hành

7.3.1 Lấy khoảng 2 g mẫu thử phù hợp với 3.2; đổ mẫu vào cốc dung tích 100 ml và cân chính xác đến  $\pm 2$  mg. Thêm khoảng 5 giọt chất thấm ướt phù hợp và khoảng 50 ml nước. Trộn đều chất rắn và chất lỏng trong cốc bằng cách xoay sau đó để yên trong 5 phút. Điều đó là cần thiết để đảm bảo là chất rắn đã hoàn toàn thấm ướt.

7.3.2 Rót nước vào dụng cụ qua phễu rồi từ từ chuyển vật liệu ở cốc 100 ml vào phễu. Mở van xoay để dòng chảy 5 ml/phút (khoảng 1 giọt trong giây) vào cốc thu hồi 600 ml rồi tuyến rửa mẫu còn lại bằng cách dùng các nam châm dịch chuyển lên xuống đoạn ngắn dọc ống để khuấy trộn mẫu và giải thoát các chất không từ tính còn bị giữ lại. Thêm nước vào phễu để giữ chất có từ tính luôn bị ngâm trong nước. Nếu thấy kẹt tắc gây ra ngừng chảy và ngăn cản việc tuyến rửa, thì đổ toàn bộ mẫu vào cốc thu hồi để phục hồi dòng chảy trước khi tiếp tục thử lại.



Hình 3 – Dụng cụ để xác định hàm lượng từ

Trong quá trình vận hành tuyển rửa mẫu, quan sát các chất không từ được tách ra, tiếp tục tuyển rửa và khuấy trộn đến khi nước tháo ra trong hoàn toàn.

Chú thích – Việc sủi bọt quá mức có thể kiểm soát được bằng cách cẩn thận bổ sung cồn pha metanola.

7.3.3 Đóng van xoay, dịch chuyển các nam châm để mẫu có từ tính được giải thoát. Mở van xoay và rửa chất có từ trong cốc 100 ml. Sau khi để chất có từ tính lắng đọng, gạn bỏ nước trong khi giữ nam châm có từ trường mạnh ở đáy cốc để ngăn ngừa mất mát vật liệu có từ khỏi cốc.

7.3.4 Đặt lại nam châm, đổ đầy nước vào dụng cụ rồi mở van xoay cho bắt đầu chảy. Từ từ chuyển các chất lỏng và rắn ở trong cốc 600 ml thứ nhất vào phễu và cho hỗn hợp này chảy chậm qua dụng cụ để vào cốc 600 ml thứ hai trong khi thu giữ chất có từ ở nam châm.

7.3.5 Kiểm tra các chất chứa trong cốc thu hồi 600 ml để đảm bảo rằng không có chất có từ tính bằng cách đặt cốc vào từ trường mạnh và quan sát các hạt rắn khi cốc di chuyển chậm. Nếu trong cốc không có chất có từ tính thì loại bỏ. Nếu trong cốc có chất có từ tính thì đổ cốc vào phễu để mẫu chuyển qua dụng cụ lần nữa rồi chảy vào cốc 600 ml, kiểm tra các chất như lần trước và lặp lại quá trình đó cho tới khi không còn chất có từ tính trong cốc thu hồi.

7.3.6 Đặt cốc 600 ml vào dưới ống rồi tuyển rửa vật liệu còn lưu lại bằng cách thêm nước vào phễu rồi dịch chuyển nam châm lên xuống liên tục cho tới khi nước trong được tháo bỏ. Thu lại chất có từ tính như mô tả trong 7.3.3 cùng gộp chung vào cốc 100 ml.

7.3.7 Lặp lại các bước 7.3.4, 7.3.5 và 7.3.6 đối với hỗn hợp lỏng và rắn thu hồi ở cốc 600 ml trong bước 7.3.6 mỗi lần, cho tới khi không còn mẫu lưu lại ở nam châm trong bước 7.3.4.

Chú thích – Thông thường hai vòng liên tiếp là đủ để hoàn thiện quá trình.

7.3.8 Sấy khô tất cả chất có từ tính đã thu hồi đến khối lượng không đổi như mô tả trong 4.4.2, làm nguội trong bình hút ẩm rồi cân với sai số  $\pm 1$  mg.

## 7.4 Biểu thị kết quả

Tổng hàm lượng chất có từ tính biểu thị bằng phần trăm khối lượng được tính theo công thức:

$$\frac{m_2}{m_1} \times 100$$

trong đó

$m_1$  là khối lượng khô của phần mẫu thử, tính bằng gam;

$m_2$  là khối lượng của chất có từ tính thu được, tính bằng gam.

Kết quả được tính chính xác đến một số thập phân.

## 8 Xác định khối lượng riêng

### 8.1 Nguyên tắc

Sử dụng bình khối lượng riêng và chất lỏng phù hợp để xác định thể tích chiếm chỗ của mẫu đã biết khối lượng.

## TCVN 6532 : 1999

### 8.2 Chất lỏng thử nghiệm

Chất lỏng mà manhetit không có phản ứng và không bị hoà tan thì có thể sử dụng để thử nghiệm.

Chú thích – Chất lỏng thích hợp là nước cất vì các kết quả ít có sai số hơn. Có thể sử dụng etanol công nghiệp hoặc etanol biến chất nếu nước cất không phù hợp.

### 8.3 Dụng cụ

8.3.1 Bình khối lượng riêng (hai chiếc), dung tích 50 ml.

8.3.2 Cân, khả năng cân đến 200 g, độ chính xác  $\pm 1$  mg.

8.3.3 Bình khử thông khí, bình hút ẩm hoặc vỏ tang trên tấm thép.

8.3.4 Bể nước ổn nhiệt, có khả năng duy trì nhiệt độ ở  $25^{\circ}\text{C} \pm 0,1^{\circ}\text{C}$ .

8.3.5 Tủ sấy, có khả năng duy trì nhiệt độ trong khoảng từ  $105^{\circ}\text{C}$  đến  $110^{\circ}\text{C}$ .

8.3.6 Bơm chân không.

### 8.4 Mẫu

Phép thử được thực hiện trên mẫu đã sấy đến khối lượng không đổi ở nhiệt độ trong khoảng từ  $105^{\circ}\text{C}$  đến  $110^{\circ}\text{C}$ .

Chú thích – Lượng ẩm có trong mẫu sẽ làm kết quả xác định khối lượng riêng có sai số lớn.

### 8.5 Nhiệt độ

Phép thử được thực hiện ở nhiệt độ  $25 \pm 0,1^{\circ}\text{C}$ .

Chú thích

- 1) Nếu nhiệt độ môi trường lớn hơn  $25^{\circ}\text{C}$ , có thể lựa chọn nhiệt độ thích hợp và báo cáo kết quả ở nhiệt độ đó.
- 2) Nếu nhiệt độ không khống chế được, có thể thực hiện phép thử ở nhiệt độ môi trường và báo cáo kết quả ở nhiệt độ đó. Trong trường hợp này độ chính xác của phương pháp bị giảm nhiều.

### 8.6 Số lần thử

Thực hiện phép thử song song và nếu sự khác nhau giữa các phép thử là lớn hơn 0,02 thì phải tiến hành thử lại.

### 8.7 Mẫu thử

Lấy không nhỏ hơn 15 g từ mẫu đã sấy phù hợp với điều 3.2



## 8.8 Cách tiến hành

Cân bình khối lượng riêng (8.3.1) và nắp, chuyển mẫu vào bình, đậy nắp và cân lại. Cả hai lần cân phải chính xác  $\pm 1$  mg.

Thêm chất lỏng đến nửa bình rồi chuyển vào bình khử thông khí (8.3.3). Giảm dần áp suất trong bình đến nhỏ hơn 2,5 kPa (25 mbar) và duy trì ở áp suất này đến khi khử thông khí được hoàn tất. Quá trình này mất khoảng 15 phút. Phải cẩn thận nhất là trong giai đoạn đầu của việc rút khí để ngăn ngừa tổn thất mẫu vì chất lỏng sôi. Để tiện lợi, vào lúc rút khí sắp hoàn thành, phải gõ nhẹ vào bình khử thông khí để khí được tách ra khỏi manhetit. Sau đó cho khí trở lại bình một cách từ từ.

Lấy bình khối lượng riêng ra khỏi bình khử thông khí và cho thêm chất lỏng đã khử thông khí đến khi đầy bình.

Chú thích – Bình không được đậy để chất lỏng dẫn nở trong quá trình cân bằng nhiệt độ sau đó.

Đặt bình khối lượng riêng vào bể nước (8.3.4) duy trì ở  $25 \pm 0,1^\circ\text{C}$  trong vòng 45 phút. Khi bình còn ở trong bể, lỏng nút vào bình, cẩn thận để không một bọt khí nào lọt vào; sau đó dùng giấy lọc lau sạch chất lỏng còn lại ở đỉnh nút. Chuyển bình khỏi bể nước và lau sạch nước khỏi mặt ngoài bình. Phải thật cẩn thận để không tác động đến chất lỏng trong bình bằng áp lực bên ngoài hoặc bằng cách làm ấm trong tay. Cân bình cùng nút và các chất trong bình chính xác đến  $\pm 1$  mg.

## 8.9 Hiệu chuẩn

Hiệu chuẩn bình khối lượng riêng với nước cất và với môi trường lỏng sử dụng trong thí nghiệm nếu không phải là nước cất. Qui trình hiệu chuẩn được tiến hành theo 8.8 trừ khi bình được đổ đầy chất lỏng thích hợp. Tiến hành hiệu chuẩn với sự thận trọng tối đa theo phương pháp qui định ở 8.8 thật chuẩn xác trong các bước cân, khử thông khí, cân bằng nhiệt độ và làm khô bình. Thời gian từ lúc lấy bình khỏi bể đến lần cân cuối cùng phải càng nhanh càng tốt để giảm sai số đến mức tối thiểu do ảnh hưởng đối lưu từ bình ấm với sự bay hơi chất lỏng của bình và lượng ẩm còn lại trên bề mặt bình.

## 8.10 Biểu thị kết quả

Khối lượng riêng của manhetit ở  $25^\circ\text{C}$  phù hợp với nước ở  $25^\circ\text{C}$  được tính theo công thức:

$$d_{25^\circ\text{C}}^{25^\circ\text{C}} = \frac{m_2 - m_1}{(m_2 - m_1) - (m_3 - m_5)} \times \frac{m_5 - m_1}{m_4 - m_1}$$

trong đó:

- $m_1$  là khối lượng của bình khối lượng riêng và nút, tính bằng gam;
- $m_2$  là khối lượng của bình khối lượng riêng, nút và mẫu, tính bằng gam;
- $m_3$  là khối lượng của bình khối lượng riêng, nút, mẫu và chất lỏng, tính bằng gam;
- $m_4$  là khối lượng của bình khối lượng riêng, nút và nước cất, tính bằng gam;
- $m_5$  là khối lượng của bình khối lượng riêng, nút và chất lỏng, tính bằng gam.

## TCVN 6532 : 1999

Nếu sử dụng nước cất để xác định thì công thức trên giản lược còn:

$$d_{25^{\circ}\text{C}}^{25^{\circ}\text{C}} = \frac{m_2 - m_1}{(m_2 - m_1) - (m_3 - m_4)}$$

Tính giá trị trung bình của hai phép thử song song và lấy kết quả đến hai số thập phân.

### 9 Xác định tổng hàm lượng sắt

Xác định hàm lượng tổng sắt bằng phương pháp chuẩn độ qui định trong ISO 2597 (phương pháp 1) và báo cáo kết quả bằng phần trăm khối lượng với độ chính xác  $\pm 0,5\%$  tuyệt đối.

Nguyên tắc của phương pháp như sau:

Nung chảy với kiềm rồi hoà tan với nước. Lọc, nước lọc được loại bỏ. Hoà tan cạn trong axit clohidric. Sử dụng thiếc (II) clorua để khử sắt hoá trị ba trong dung dịch. Oxy hoá chất khử còn lại bằng thuỷ ngân (II) clorua. Chuẩn độ sắt đã khử bằng dung dịch kali dicromat sử dụng chất chỉ thị là natri diphênylamin sunfonat.

### 10 Xác định hàm lượng sắt (II)

#### 10.1 Nguyên tắc

Xác định hàm lượng sắt (II) bằng cách hoà tan mẫu trong axit clohidric trong môi trường nitơ; chuẩn độ sắt (II) lấy vào dung dịch bằng dung dịch chuẩn kali dicromat.

#### 10.2 Thuốc thử

Trong phân tích chỉ sử dụng các thuốc thử có chất lượng phân tích và chỉ dùng nước cất hoặc nước có độ sạch tương đương.

##### 10.2.1 Axit clohidric, dung dịch loãng

Pha loãng dung dịch axit clohidric ( $\rho$  1,18 g/ml), với nước theo tỷ lệ 1 + 1.

##### 10.2.2 Axit octophotphoric, dung dịch loãng

Pha loãng dung dịch axit octophotphoric ( $\rho$  1,75 g/ml) với nước theo tỷ lệ 1 + 9.

##### 10.2.3 Dung dịch kali dicromat, dung dịch chuẩn $C(K_2Cr_2O_7) = 0,017$ mol/l.

Nghiền 6 g kali dicromat trong cối mã não rồi sấy khô ở nhiệt độ khoảng  $105^{\circ}\text{C}$ ; làm nguội trong bình hút ẩm. Cân 4,904 g hoà tan trong nước và pha loãng đến 1 000 ml trong bình định mức.

##### 10.2.4 Chất chỉ thị natri diphênylaminsunfonat, dung dịch 20 g/l.

#### 10.3 Dụng cụ

Các dụng cụ thí nghiệm thông thường và

10.3.1 Dụng cụ hoà tan/chuẩn độ (xem hình 4) gồm các mục sau:

10.3.1.1 Bình đáy tròn, hai cổ, dung tích 250 ml.

10.3.1.2 Phễu nhỏ giọt, dung tích 25 ml.

10.3.1.3 Bình ngưng làm nguội nước.

10.3.1.4 ống dẫn gaz.

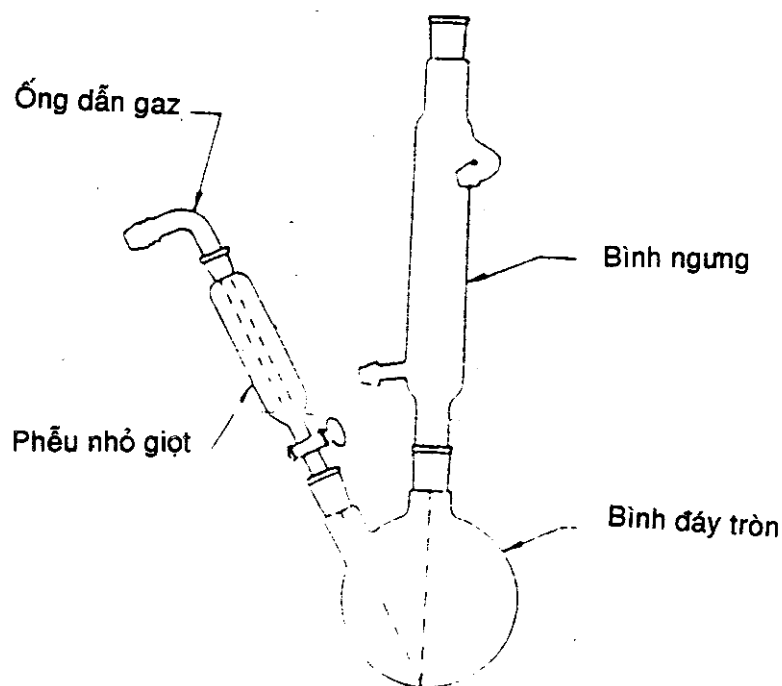
10.3.2 Đèn micro bunsen.

10.3.3 Đo dòng gaz, hiệu chỉnh để dòng gaz là 500 ml/phút.

10.3.4 Bộ phận cấp nitơ

10.3.5 Pipet một vạch mức, dung tích 25 ml và 100 ml phù hợp với ISO 648.

Kích thước tính bằng milimét



Hình 4 - Dụng cụ hoà tan/chuẩn độ

#### 10.4 Cách tiến hành

## TCVN 6532 : 1999

Cân với độ chính xác  $\pm 1$  mg khoảng 0,25 g mẫu đã sấy khô không khí rồi chuyển vào bình đáy tròn (10.3.1.1). Đồng thời tiến hành xác định hàm lượng ẩm khô không khí như qui định trong 4.5.2 và cho phép hiệu chỉnh kết quả hàm lượng sắt (II) trên cơ sở khô.

Lắp bình vào bình ngưng (10.3.1.3) và đặt phễu nhỏ giọt (10.3.1.2) vào cổ bình. Lắp ống dẫn gaz (10.3.1.4) vào phễu nhỏ giọt rồi nối với bộ phận cung cấp nitơ. Làm sạch dụng cụ trong 5 phút bằng dòng nitơ 500 ml/phút.

Đóng van phễu nhỏ giọt, tháo ống dẫn gaz và thêm 25 ml dung dịch axit clohidric (10.2.1) vào phễu nhỏ giọt.

Nối lại bộ phận cấp nitơ, mở van và cấp dòng nitơ để đẩy axit vào bình. Tiếp tục làm sạch bằng dòng nitơ 500 ml/phút.

Đun sôi nhẹ trong 10 phút có dòng nitơ. Chuyển dời đèn bunsen (10.3.2), tháo dỡ bình đáy tròn khỏi bình ngưng và trong khi vẫn làm sạch bằng dòng nitơ, làm nguội bình trong bể nước.

Khi làm nguội, thêm 100 ml dung dịch axit octophosphoric (10.2.2) và 5 giọt dung dịch chỉ thị natri diphenylaminsunfonat (10.2.4). Tiếp tục làm sạch bằng dòng nitơ.

Chuẩn độ ngay bằng dung dịch chuẩn kali dicromat (10.2.3) cho tới giọt làm thay đổi từ màu xanh sang màu đỏ tía. Tiếp tục làm sạch bằng nitơ trong khi chuẩn độ.

### 10.5 Biểu thị kết quả

Hàm lượng sắt (II) biểu thị bằng phần trăm khối lượng của FeO được tính theo công thức:

$$\text{FeO (cơ sở khô)} = \frac{cV \times 71,85}{1\ 000 \times m_{\text{ad}}} \times \frac{100}{100 - \text{ADM}}$$

trong đó

c là nồng độ thực thể biểu thị bằng mol  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  trong lít của dung dịch kali dicromat;

V là thể tích dung dịch kali dicromat đã dùng để chuẩn độ, tính bằng mililit;

$m_{\text{ad}}$  là khối lượng mẫu, tính bằng gam;

ADM là hàm lượng ẩm khô - không khí của mẫu, tính bằng phần trăm;

71,85 là khối lượng phân tử của sắt oxit (II).

Chú thích – Sự có mặt của các sunfua như sắt sunfua trong mẫu sẽ lẫn vào kết quả và cần phải xác định sunfua để hiệu chỉnh lại. 0,2% sunfua sẽ làm kết quả tăng thêm 0,25% FeO.

Lấy kết quả chính xác đến 0,5% giá trị tuyệt đối.