

QUẶNG THIẾC		TCVN 3646 — 81
Phương pháp xác định tổng hàm lượng sắt		
Оловянная руда Метод определения содержания общего железа	Tin ores. Method for the deter- mination of total iron content	Có hiệu lực từ 1-7-1982

1. NGUYÊN TẮC

Tổng hàm lượng sắt được xác định bằng phương pháp oxi hóa khử với chất chuẩn độ là dung dịch kali bicromat. Ảnh hưởng của các nguyên tố cản trở được loại trừ bằng cách kết tủa với dung dịch amoni hidroxit.

2. HÓA CHẤT

Natri peoxit :

Natri hidroxit

Axit clohidric (1, 18) và dung dịch (1 + 2) :

Axit sunfuric (1,84) ;

Axit photphoric (1,69) ;

Hỗn hợp axit sunfuric và photphoric : 700ml nước, 150 ml photphoric (1,69) và 150ml axit sunfuric (1,84) ;

Thủy ngân (II) clorua, dung dịch 5% ;

Muối Mo, dung dịch 0,02N trong axit sunfuric 10% ;

Kali dicromat, dung dịch chuẩn fixanal 0,1N và dung dịch 0,025N

Natri difenylamin sunfonat, dung dịch 0,5% ;

Amoni hidroxit (0,90) và dung dịch (1+100) ;

Dung dịch thiếc 5% mới pha : cân 5g thiếc kim loại, hòa tan với 50ml axit clohidric và đun nóng tới tan hoàn toàn. Thêm nước đến vạch mức 100ml.

3. TIẾN HÀNH THỬ

Cân 0,5g mẫu vào chén niken (nếu hàm lượng của sắt nhỏ có thể cân tới 1g). Trộn với 5—7g natri peoxit và 1—2g natri

hidroxit. Nung ở 700°C trong khoảng 20 phút. Lấy ra và để nguội. Thả nhẹ chén có khối nung chảy vào cốc 250 ml có chứa sẵn 50ml nước. Làm rửa nhanh khối nung chảy khỏi chén, lấy chén ra và tráng định lượng bằng nước.

Thêm từ từ axit clohidric đến tan hết hidroxit của các kim loại. Đun sôi vài phút. Lấy cốc ra và thêm amoni hidroxit đến khi dung dịch có mùi mạnh của amoni hidroxit. Đun sôi nhẹ cho đông tụ kết tủa. Để nguội. Lọc kết tủa qua giấy lọc bằng đỏ. Rửa kết tủa 7—8 lần, mỗi lần bằng khoảng 10ml dung dịch amoni hidroxit (1 + 100).

Chuyển nhanh phần lớn kết tủa vào cốc đã dùng để kết tủa ở trên bằng một ít nước. Hòa tan các kết tủa còn lại trên giấy lọc bằng 30—40ml axit clohidric (1+2). Tráng rửa giấy lọc bằng khoảng 20ml nước cho đến khi trong nước rửa không còn ion sắt. Gộp toàn bộ các dung dịch vào cốc trên và chuyển sang bình nón dung tích 250ml. Tráng rửa cốc bằng nước.

Đun sôi nhẹ và cô từ từ dung dịch đến khoảng 30ml. Trong khi lắc cho từng giọt dung dịch thiếc 5% đến khi hết màu vàng của dung dịch và sau đó thêm dư một vài giọt nữa.

Làm lạnh dung dịch tới nhiệt độ phòng bằng nước. Thêm nhanh 10ml dung dịch thủy ngân (II) clorua. Lắc đều rồi để yên vài phút.

Thêm 15 ml hỗn hợp axit và sau đó thêm nước đến thể tích khoảng 80ml. Cho vào 3—4 giọt chỉ thị natridifenyamin sunfonat. Chuẩn độ sắt (II) bằng dung dịch kali dicromat 0,025N cho tới khi dung dịch có màu tím đỏ bền (nếu lắc đều mà màu tím đỏ của dung dịch vẫn bền trong 30 giây).

Dung dịch so sánh là dung dịch không chứa mẫu và cũng được tiến hành thí nghiệm như dung dịch mẫu.

4. TÍNH KẾT QUẢ

4.1. Hàm lượng sắt tổng số (X) tính bằng phần trăm theo công thức:

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

trong đó :

V — thể tích dung dịch kali dicromat tiêu tốn cho chuẩn độ dung dịch mẫu, tính bằng ml;

V₁ — thể tích dung dịch kali dicromat tiêu tốn khi chuẩn độ mẫu trắng, tính bằng ml;

G — lượng mẫu cân, tính bằng g;

T — độ chuẩn của dung dịch kali dicromat đem dùng, tính bằng số gam sắt có trong 1 ml dung dịch (gFe/ml).

4.2. Độ chuẩn T của dung dịch đem dùng được chính xác hóa theo dung dịch kali dicromat fixanal bằng cách chuẩn so sánh với cùng một lượng (25ml) dung dịch muối Mo 0,025 N và được tính theo công thức :

$$T = \frac{N \cdot 55,85 \cdot V_c}{V_d \cdot 1000}$$

trong đó :

V_c — thể tích dung dịch kali dicromat fixanal, tính bằng ml;

V_d — thể tích dung dịch kali dicromat đem dùng, tính bằng ml;

N — Nồng độ đương lượng của dung dịch dicromat fixanal.

4.3. Độ chính xác của phương pháp

Hàm lượng sắt tổng số, %	Độ lệch cho phép %
Đến 1,0	0,10
Lớn hơn 1,0 đến 3,0	0,15
» 3,0 » 5,0	0,20
» 5,0 » 7,0	0,30
» 7,0	0,35