



CỘNG HÒA XÃ HỘI CHỦ NGHĨA VIỆT NAM

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

QUẶNG SẮT

PHÒNG PHÁP PHÂN TÍCH HÓA HỌC

TCVN 4653-88 + TCVN 4656-88

HÀ NỘI

Cơ quan biên soạn :

Viện Địa chất và Khoáng sản

Tổng cục Mỏ và Địa chất

Cơ quan đề nghị ban hành :

Tổng cục Mỏ và Địa chất

Cơ quan trình duyệt :

Tổng cục Tiêu chuẩn - Đo lường - Chất lượng

Cơ quan xét duyệt ban hành :

Ủy ban Khoa học và Kỹ thuật Nhà nước

Quyết định ban hành số 609/QĐ ngày 28 tháng 12 năm 1988

QUẶNG SẮT		TCVN4653-88
PHƯƠNG PHÁP PHÂN TÍCH HÀM LƯỢNG SẮT (chung)		
Руды железные. f Метод определения содержания железа общего.	Iron ores Method for determi- nation of total iron content	Có hiệu lực từ 01/01/1990

Tiêu chuẩn này áp dụng cho quặng sắt có hàm lượng sắt trên 30%.

1. QUI ĐỊNH CHUNG

1.1. Mẫu xác định hàm lượng sắt chung được chuẩn bị theo TCVN 1664-86.

1.2. Nước cất theo TCVN 2117-77.

1.3. Các loại hoá chất có mức độ tinh khiết theo TCVN 1058-78.

1.4. Nhiệt độ của nước hoặc dung dịch trong tiêu chuẩn qui định như sau : nước ấm hoặc dung dịch ấm có nhiệt độ từ 40 - 75°C ; nước nóng hoặc dung dịch nóng có nhiệt độ trên 75°C ; Nếu không ghi, hiệu là nước hoặc dung dịch ở nhiệt độ phòng.

1.5. Các thuốc thử ở trạng thái lỏng khi pha loãng sẽ ghi kèm theo các ký hiệu pha loãng 1:1, 1:2, 1:3, 1:100... nếu không ghi, hiệu là thuốc thử ở trạng thái chưa pha loãng.

2. NGUYÊN TẮC CỦA PHƯƠNG PHÁP

Khử sắt (III) xuống sắt (II) rồi chuẩn độ sắt (II) bằng dung dịch chuẩn kali dicromat trong môi trường axit Clohidric 2N, dùng chất chỉ thị natri diphenylamin sunfonat.

3. THIẾT BỊ VÀ HOÁ CHẤT

Cân phân tích có độ chính xác đến 0,0002 g ;

Tủ sấy có nhiệt độ không thấp hơn 110°C ;

Lò nung có nhiệt độ nung nóng không thấp hơn 1000°C ;

Axit Clohidric (d = 1,19), dung dịch 1:2, dung dịch 2:100 ;

Axit sunfuric (d = 1,84), dung dịch 1:9 ;

Axit photphoric (d = 1,70), dung dịch 1:4 ;

Axit flohidric 40% ;

Magiê oxit ;

Natri cacbonat khan ;

Axit oxalic ;

Kali nitrat ;

Hỗn hợp nung khan : Nghiền và trộn đều các thuốc thử theo tỷ lệ khối lượng : natri cacbonat : axit oxalic : kali nitrat là 10:4:1. Hỗn hợp được bảo quản trong chai kín ;

Kali pirosunfat ;

Amoni florua ;

Kali pemanganat, dung dịch 3% ;

Thiếc (II) Clorua, dung dịch A : Hoà tan 500g thiếc(II) clorua trong cốc 1000 ml đã có sẵn 500ml axit clohidric nóng. Khuấy đều và cho tiếp axit clohidric vào đến 1000 ml, Dung dịch B : Rót 100ml dung dịch A vào cốc 1000ml đã có sẵn 150ml axit clohidric. Khuấy và pha loãng bằng nước cất đến 1000ml. Thêm vào 2-3 hạt thiếc kim loại ;

Thủy ngân (II) clorua, dung dịch 5% ;

Amoniac 25%, dung dịch 1:1, dung dịch 1:100 ;

Hỗn hợp axit photphoric và sunfuaric : Rót 100ml axit sunfuaric vào cốc dung tích 1000ml đã chứa 600ml nước cất. Để nguội, rót tiếp vào 150ml axit photphoric, khuấy đều ;

Chỉ thị natri diphenylamin sunfonat 0,02% : hoà tan 0,2g chỉ thị trong 1000ml axit photphoric 1:4 ;

Hidro peoxit 30%, dung dịch 1:9

Sắt kim loại có độ tinh khiết đến 99,9% ;

Dung dịch chuẩn sắt : Cân 4g sắt kim loại nêu trên vào cốc dung tích 500ml. Rót vào cốc 100ml axit clohidric, đun nóng đến tan hoàn toàn. Thêm vào 5-6 giọt dung dịch hidro peoxit 1:9, đun nóng ở nhiệt độ 60-70°C trong 10 phút. Để nguội, chuyển dung dịch vào bình định mức dung tích 1000ml. Định mức bằng nước cất và lắc đều. 1ml dung dịch chứa 4mg sắt ;

Dung dịch chuẩn kali dicromat : Hoà tan 24,5g kali dicromat trong 10 lít nước cất, lắc đều. Xác định độ chuẩn theo sắt như sau : Lấy 25ml dung dịch chuẩn sắt vào bình nón dung tích 250ml. Thêm vào 5ml axit clohidric. Đun nóng bình đến nhiệt độ 70-80°C, nhỏ từ từ vào bình từng giọt dung dịch thiếc (II) clorua đến khi mất màu vàng của dung dịch, cho dư 1-2 giọt nữa, làm nguội bình đến nhiệt độ phòng. Rót vào 20ml hỗn hợp axit sunfuric và photphoric, thêm nước cất đến thể tích chung 200ml. Thêm tiếp vào 5ml dung dịch thủy ngân (II) clorua. Lắc đều và để yên 3 - 5 phút; Thêm vào 10ml dung dịch chỉ thị natri diphenylamin sunfonat rồi chuẩn độ bằng dung dịch kali dicromat đến khi xuất hiện màu tím bền trong 30 giây.

Làm 3 thí nghiệm song song, lấy kết quả trung bình.

Độ chuẩn của dung dịch kali dicromat (T) theo sắt tính bằng g/ml theo công thức :

$$T = \frac{T_0 \cdot V}{V_1 - V_0}$$

Trong đó :

T_0 - Độ chuẩn của dung dịch chuẩn sắt, g/ml ;

V - Thể tích dung dịch chuẩn sắt, ml ;

V_1 - Thể tích dung dịch chuẩn kali dicromat ứng với mẫu có sắt, ml ;

V_0 - Thể tích dung dịch chuẩn kali dicromat ứng với mẫu trắng, ml ;

Nếu không có sắt kim loại tinh khiết 99,99% thì dùng fixanal kali dicromat pha thành dung dịch chuẩn kali dicromat 0,05 N. 1 ml dung dịch tương ứng với 0,002793 g sắt.

4. CÁCH TIẾN HÀNH

4.1. Cân 0,2g mẫu quặng cho vào tờ giấy lọc không tro đã có sẵn 2g hỗn hợp nung khan, dùng đũa thủy tinh trộn đều. Gói tất cả mẫu lại rồi cho vào chén sứ dung tích 30ml, đã lót chặt ở đáy 2g magie oxit. Nếu mẫu quặng có chứa các chất hữu cơ cần phải nung ở nhiệt độ 650 - 700°C trước khi trộn với hỗn hợp nung khan.

4.2. Đặt chén mẫu vào lò nung, tăng từ từ nhiệt độ đến 800°C, giữ ở nhiệt độ này trong 20 phút. Lấy chén ra để nguội, chuyển khối nung vào bình nón dung tích 500ml (lấy hạn chế lượng magie oxit). Thêm vào bình 10-15 ml nước cất, đun nóng đến nhiệt độ 80-90°C, dùng đũa thủy tinh làm tơi mẫu ra.

4.3. Lấy bình ra khỏi bếp, thêm vào 0.2g amoni florua (với mẫu chứa vanadi). Rót vào bình 30ml axit clohidric, nhanh chóng đậy bình bằng một phễu nhỏ đường kính 3 cm. Sau khi ngừng tách khí cacbonic, nhỏ vào bình từng giọt dung dịch thiếc (II) clorua (dung dịch A) đến khi mất màu vàng của dung dịch cho dư 3-4 giọt nữa. Đun nóng bình ở nhiệt độ 90 - 95°C đến khi mẫu tan hoàn toàn (không quá 30 phút). Vừa lắc, vừa nhỏ từng giọt dung dịch kali pemanganat 3% để dung dịch trở lại màu vàng.

4.4. Trường hợp mẫu nào không tan phải lọc cặn qua giấy lọc không tro chảy vừa, rửa cặn và giấy lọc bằng dung dịch axit clohidric 2:100 nóng. Nước lọc hứng vào bình nóng dung tích 500ml (dung dịch chính). Cặn và giấy lọc cho vào chén platin, sấy khô và nung ở nhiệt độ 650 - 700°C trong 20 phút. Lấy chén ra để nguội cho vào 3-4 giọt axit sunfuric, 7ml axit flohidric và cô đến khô. Để nguội chén, thêm vào 2g kali pirosunfat. Đậy nắp chén, nung ở nhiệt độ 700°C đến khi thu được chất chảy trong suốt. Để nguội, cho chén vào cốc dung tích 100ml. Hoà tan khối chảy bằng 30ml axit sunfuric 1:9 nóng. Rửa chén bằng nước cất nóng rồi bỏ ra. Vừa khuấy, vừa nhỏ từng giọt amoniac 1:1 vào cốc dung dịch đến khi xuất hiện kết tủa sắt hidroxit, cho dư 4-5 giọt nữa và đun sôi 1-2 phút. Lọc dung dịch qua giấy lọc chảy nhanh rửa kết tủa bằng dung dịch amoniac 1:100 nóng. Hoà tan kết tủa bằng một lượng nhỏ axit clohidric 1:2 nóng. Rửa giấy lọc 4-5 lần bằng dung dịch axit clohidric nóng 2:100. Nước lọc hứng ngay vào bình nón chứa dung dịch chính.

4.5. Rửa thành bình chứa dung dịch đã hợp nhất bằng 2-4 ml nước cất, đun nóng đến nhiệt độ 70-80°C. Nhỏ vào bình

từng giọt dung dịch thiếc (II) clorua (dung dịch B) đến khi mất màu vàng của dung dịch, cho dư 2 giọt nữa, là ngưng bình đến nhiệt độ phòng.

Rót vào bình 20ml hỗn hợp axit sunfuric và photphoric. thêm nước cất đến thể tích chung 200ml. Thêm tiếp vào 5ml dung dịch thủy ngân (II) clorua. Lắc đều và để yên 4 - 5 phút.

Thêm vào bình 10ml dung dịch chỉ thị natri diphenylamin sunfonat, chuẩn bằng dung dịch kali dicromat đến khi xuất hiện màu tím bền vững trong 30 giây.

5. TÍNH KẾT TỬA

5.1. Hàm lượng sắt (chung) (X) tính bằng phần trăm khối lượng theo công thức :

$$X = \frac{T.(V-V_0) K.100}{m};$$

Trong đó :

T - Độ chuẩn của dung dịch chuẩn kali dicromat theo sắt, g/ml ;

V - Thể tích dung dịch chuẩn kali dicromat ứng với mẫu quặng, ml ;

V₀ - Thể tích dung dịch chuẩn kali dicromat ứng với mẫu trắng, ml ;

m - Khối lượng mẫu cân, g ;

K - Hệ số chuyển quặng sang quặng khô, tính theo công thức :

$$K = \frac{100}{100-W} ;$$

Trong đó :

W - Độ ẩm của mẫu, %, xác định theo TCVN 1666-86;

5.2. Sai lệch kết quả giữa hai lần xác định song song khi độ tin cậy $P = 0,95$ không được vượt quá các giá trị nêu trong bảng sau :

%

Hàm lượng sắt chung	Sai lệch cho phép
Từ 30 đến 50	0,30
Trên 50	0,40