

QUẶNG BAUXIT		TCVN
Phương pháp xác định hàm lượng sắt oxit		2823 - 79
Bauxit	Bauxite	Khuyến khích áp dụng
Метод определения содержания окиси железа	Method for the determi- nation of ironoxide content	

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp phân tích hóa học xác định hàm lượng sắt trong quặng bauxit bằng phương pháp chuẩn độ oxy hóa khử. Khi tiến hành phân tích nhất thiết phải tuân theo những quy định chung cho các phương pháp phân tích hóa học quặng bauxit trong TCVN 2823 - 79.

1. NGUYÊN TẮC

Phương pháp dựa trên việc khử sắt (III) thành sắt (II) trong dung dịch II. Lượng sắt (II) được chuẩn độ bằng kali bichromat với chỉ thị natri difenylaminosulfat.

2. HÓA CHẤT VÀ DUNG DỊCH

Axit clohidric theo TCVN 1556 - 74 và dung dịch (1 + 1);

Axit sunfuric (1,84) và dung dịch (1 + 1), (3 + 1);

Axit nitric (1,40);

Axit photphoric (1,72);

Amoni hidroxit (0,90);

Amoni sunfoxianua, dung dịch 10%;

Thủy ngân (II) clorua bão hòa;

Amoni clorua, dung dịch 2%, được kiềm hóa bằng amoni nitroxit.

Thiếc (II) clorua, dung dịch 5%: hòa tan 5g thiếc kim loại trong 100 ml axit clohidric (1 + 1), đun sôi nhẹ cho tan hết. Bảo quản dung dịch trong tủ lạnh.

Kali bicromat, dung dịch 0,025 N: hòa tan 1,2260 g kali bicromat đã được kết tinh từ dung dịch nước trong 1000 ml nước cất.

Hỗn hợp axit: hòa 150 ml axit sunfuric (1,84) với 500 ml nước cất, để nguội và thêm 150 ml axit photphoric (1,70) và định mức bằng nước đến 1000 ml.

3. CÁCH TIẾN HÀNH

Dùng pipet hút 50 ml dung dịch II vào bình nón dung tích 250 ml. Nhỏ từng giọt amoni hidroxit vào dung dịch và lắc đều cho đến khi dung dịch thoáng mùi amoniac và có PH9 (thử lại bằng giấy chỉ thị). Đun nhẹ cho đông tụ kết tủa. Lọc qua giấy lọc bằng đồ và rửa bằng dung dịch amoni clorua 2% nóng. Dùng 20 - 30 ml dung dịch axit clohidric (1 + 1) hòa tan kết tủa trên giấy lọc vào cốc đã dùng để kết tủa. Rửa bằng dung dịch axit clohidric loãng và nóng đến khi trong nước rửa không còn ion sắt (thử với amoni sunfluxianua). Đun sôi dung dịch, bốc ra và khử sắt (III) bằng dung dịch thiếc (II) clorua 5% khi dung dịch còn nóng. Lắc mạnh dung dịch và quá trình khử kết thúc khi màu vàng của sắt (III) hoàn toàn biến mất. Thêm dư 2 giọt thiếc (II) clorua. Làm nguội dung dịch bằng dòng nước chảy. Thêm nhanh 10 ml thủy ngân (II) clorua bão hòa. Lắc nhẹ cho xuất hiện vẩn đục calomel. Để yên trong 3 - 5 phút. Thêm tiếp vào dung dịch 15 ml hỗn hợp axit, 5 giọt chỉ thị rồi chuẩn độ với kali bicromat cho đến khi màu xanh của dung dịch chuyển sang màu tím đỏ.

4. TÍNH KẾT QUẢ

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

$$X = \frac{T(V_1 \times V_2)}{V_3 \cdot G} \times 100$$

trong đó:

V_1 - thể tích dung dịch kali bicromat tiêu tốn, tính bằng ml;

V_2 — thể tích dung dịch II, tính bằng ml;

V_3 — thể tích dung dịch lấy chuẩn độ, tính bằng ml;

G — khối lượng mẫu thử, tính bằng g.

T — độ chuẩn của dung dịch kali bicromat tính theo sắt (III) oxit ($\text{g Fe}_2\text{O}_3/\text{ml}$).

1.2. Độ chính xác của phương pháp

Hàm lượng sắt (III) oxit, %		Độ lệch cho phép, %
Dưới	20	0,4
Trên	20	0,5