

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 4780 : 1989

**QUẶNG BAUXIT –
PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG TỔNG LƯU HUỖNH**

*Bauxite –
Method for the determination of total sulphur content*

HÀ NỘI – 2008

Lời nói đầu

TCVN 4780 : 1989 do Viện địa chất và khoáng sản – Tổng cục Mỏ địa chất biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng trình duyệt, Ủy ban Khoa học 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 Bauxit –

Phương pháp xác định hàm lượng tổng lưu huỳnh

Bauxite –

Method for the determination of total sulphur content

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp khối lượng xác định hàm lượng tổng lưu huỳnh trong quặng bauxit, khi hàm lượng của nó từ 0,1 % đến 1 %.

1 Quy định chung

Theo TCVN 2823 : 1979.

2 Nguyên tắc của phương pháp

Phương pháp dựa trên sự oxy hóa lưu huỳnh thành sunfat bằng cách nung mẫu với hỗn hợp chảy chứa chất oxy hóa. Sau đó hòa tách khối nung bằng nước rồi kết tủa ion sunfat bằng dung dịch bari clorua. Tính hàm lượng của lưu huỳnh theo khối lượng bari sunfat.

3 Hóa chất, thiết bị và dụng cụ

Natri cacbonat, dung dịch 1 % và 5 %;

Magie oxit;

Kali pemanganat;

Hỗn hợp nung khan : Hỗn hợp rắn gồm natri cacbonat, magie oxit và kali pemanganat theo tỷ lệ về khối lượng 1 : 2 : 0,1, được chuẩn bị như sau : Nghiền mịn kali pemanganat với một phần natri cacbonat, sau đó cho thêm phần natri cacbonat còn lại và trộn đều, cuối cùng vừa nghiền, vừa trộn đều với magie oxit. Bảo quản hỗn hợp này trong bình chống ẩm;

Etanol (96°);

Hidro peoxit, dung dịch 30 %;

Kali hydroxit;

Natri peoxit;

TCVN 4780 : 1989

Axit clohydric đặc theo TCVN 1556 : 1974 và dung dịch (1 + 1);

Metyl da cam, dung dịch 0,5 % trong nước;

Bari clorua, dung dịch 2,5 % trong nước;

Bạc nitrat, dung dịch 1 %;

Amoni oxalat, dung dịch 5 %;

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

Lò nung đến nhiệt độ 1000 °C;

Bình chống ẩm;

Chén niken;

Chén sứ;

Chén platin.

4 Cách tiến hành

4.1 Nung mẫu và tách các hỗn hợp

4.1.1 Cân 1 g mẫu vào chén sứ đã có 5 g đến 6 g hỗn hợp nung khan, trộn đều rồi chuyển vào một chén sứ khác đã lót khoảng 1 g magie oxit ở đáy, làm sạch chén bằng 2 g hỗn hợp nung khan rồi phủ lên bề mặt khoảng 1 g hỗn hợp nung khan nữa. Đưa chén vào lò nung và nâng nhiệt độ đến 800 °C, giữ ở nhiệt độ này khoảng 40 phút. Lấy chén ra, để nguội. Chuyển khối nung vào cốc dung tích 250 ml, rửa chén ra, để nguội. Chuyển khối nung vào cốc dung tích 250 ml, rửa chén bằng nước nóng, thêm nước đến khoảng 100 ml và 2 ml đến 3 ml etanol hoặc hydro peoxit. Khuấy kỹ, đun sôi khoảng 20 phút.

Lọc sạn dung dịch qua giấy lọc định lượng, hứng nước lọc vào cốc 500 ml, thêm vào phần bã 30 ml dung dịch natri 1 %, đun nóng, khuấy kỹ khoảng 10 phút. Lọc sạn và lặp lại quá trình này 3 đến 4 lần nữa. Sau đó rửa tráng cốc và kết tủa trên giấy lọc 5 – 6 lần bằng nước nóng. Dung dịch thu được khoảng 250 ml.

4.1.2 Đối với mẫu bị phong hóa, biến chất : cân 2 g mẫu cho vào chén niken đã có khoảng 8 g kali hydroxit được làm khô nước, phủ lên trên bề mặt 2 g natri peoxit và nung chảy ở nhiệt độ 650 °C trong 10 phút. Để nguội rồi dùng nước nóng có pha natri cacbonat 1 % để chuyển toàn khối lượng chảy vào cốc dung tích 250 ml, thêm 5 ml amoni oxalat 5 %, đun sôi 5 phút, để nguội rồi chuyển vào bình định mức dung tích 500 ml, định mức bằng nước và lắc đều. Lọc khô lấy 250 ml dung dịch vào cốc dung tích 250 ml, thêm 2–3 giọt metyl da cam, trung hòa bằng dung dịch axit clohydric (1 + 1) đến hết màu vàng, cho dư thêm 10 ml nữa và cô đến cạn khô. Hòa tan muối bằng 10 ml axit clohydric (1 + 1), thêm 100 ml nước nóng, đun đến khoảng 90 °C và giữ ở nhiệt độ này 15 phút đến 20 phút. Lọc rửa kết tủa bằng nước nóng có pha axit clohydric 1 % đến thể tích khoảng 200 ml.

4.2 Xác định ion sunfat trong dung dịch

Cho 2 đến 3 giọt methyl da cam vào cốc đựng dung dịch đã thu được bằng cách làm như ở điều 4.1.1 hoặc 4.1.2. Trung hòa bằng axit clohydric (1 + 1) hoặc natri cacbonat 5 % đến vừa chuyển màu, cho dư thêm 2 ml axit clohydric (1 + 1) ứng với 100 ml dung dịch và đun nóng, khuấy cho phân hủy hết ion cacbonat, đun sôi khoảng 10 phút. Rót từ từ khoảng 40 ml dung dịch bari clorua nóng vào cốc, khuấy đều và giữ trên bếp cách thủy khoảng 1 giờ. Sau đó để yên kết tủa 8 đến 10 giờ hoặc để qua đêm.

Lọc dung dịch qua giấy lọc định lượng. Rửa kết tủa bằng nước nóng đến hết ion clorua (thử bằng phản ứng với bạc nitrat). Chuyển kết tủa cùng giấy lọc vào chén platin đã được nung và cân trước, sấy khô và đốt cháy giấy lọc ở khoảng 300 °C rồi nung ở 800 °C trong 1 giờ. Lấy chén ra để nguội trong bình chống ẩm và cân.

5 Tính toán kết quả

5.1 Hàm lượng tổng lưu huỳnh (X) bằng phần trăm khối lượng được tính theo công thức :

$$X = \frac{(g - g_1) \cdot 0,1374 \cdot 100}{G};$$

trong đó :

g là khối lượng kết tủa bari sunfat của mẫu phân tích, g;

g_1 là khối lượng kết tủa của mẫu trắng, g;

G là khối lượng mẫu lấy để phân tích, g.

0,1374 là hệ số chuyển khối lượng bari sunfat thành khối lượng lưu huỳnh.

5.2 Độ chính xác của phương pháp

Hàm lượng tổng lưu huỳnh, %	Chênh lệch cho phép, %
Từ 0,1 đến 0,49	0,04
Từ 0,5 đến 1,0	0,07