

QUẶNG THIẾC		TCVN 3648 — 81
Phương pháp xác định hàm lượng canxi và magie oxit		
<p>Оловянная руда Метод определения содержания окиси кальция и окиси магния</p>	<p>Tin ores. Method for the deter- mination of calcium oxide and magnesium oxide contents</p>	<p>Có hiệu lực từ 1-7-1982</p>

1. NGUYÊN TẮC

Phương pháp dựa trên việc chuẩn độ can xi bằng EDTA trong khoảng pH 13 với chỉ thị fluoresxon và chuẩn độ tổng hàm lượng canxi và magie trong khoảng pH 9 — 10 với chỉ thị eriochrom T đen. Hiệu số giữa tổng hàm lượng canxi và magie với canxi tương ứng với hàm lượng magie. Dung dịch được sử dụng cho việc xác định hàm lượng canxi và magie là phần nước lọc sau khi đã tách silic theo TCVN 3641 — 81.

2. HÓA CHẤT

Axit clohydric (1,19) và dung dịch (1 + 100);

Kali hydroxit dung dịch 30 %;

Urotropin (hexametylentetramin) dung dịch 25 % và 0,5 %;

Axit atcobic;

Kali xianua;

Natri dietyldithiocacamat; dung dịch 0,3 % trong clorofocm

Eriochrom T đen;

Fluoresxon;

EDTA, dung dịch 0,02 M;

Amoni hydroxit, dung dịch (1 + 1) hoặc dung dịch đậm pH 9 — 10: hòa tan 70 g amoni clorua trong cốc có chứa 570 ml amoniac rồi định mức đến 1000 ml.

3. TIẾN HÀNH THỬ

Lấy chính xác 200 ml dung dịch nước lọc (sau khi đã tách silic theo TCVN 3641 — 81) vào bình nón dung tích 500 ml. Trung hòa

dung dịch bằng từng giọt amoniac cho tới khi xuất hiện những kết tủa đầu tiên. Hòa tan ngay vẩn kết tủa đó bằng vài giọt axit clohydric (1 + 1). Thêm 10 ml dung dịch urotropin và đun sôi trong 15 phút cho vẩn kết tủa. Lọc lấy dung dịch và rửa kết tủa bằng dung dịch urotropin 0,5% nóng có hòa tan một ít amoni clorua. Hòa tan phần kết tủa trên giấy lọc bằng một lượng tối thiểu axit clohydric (1 + 1) nóng rồi lại lặp lại quá trình kết tủa urotropin như ở trên. Lọc rửa. Lấy nước lọc và gộp chung với phần nước lọc ban đầu. Định mức tới 1000 ml bằng nước.

3.1. Xác định hàm lượng canxi

Lấy chính xác 250 ml dung dịch vào bình nón dung tích 500 ml. Thêm vài hạt axit ascorbic lác mạnh. Cho vào một lượng kali xianua bằng hạt đậu xanh. Thêm 20 ml dung dịch kali hydroxit và vài giọt chỉ thị fluoresxon. Chuẩn độ bằng dung dịch EDTA trên nền đen cho tới khi tắt ánh sáng huỳnh quang lá mạ.

Hiệu số giữa hàm lượng EDTA tiêu tốn cho mẫu quặng và mẫu trắng tương ứng với hàm lượng canxi.

3.2. Xác định hàm lượng magie

Lấy chính xác 250 ml dung dịch vào phễu chiết 500 ml. Thêm 10 ml dung dịch đậm amoniac - amoniaclorua. 20 ml dung dịch natri diethyldithiocacamat 0,3 % trong clorofoc. Lắc mạnh trong 2 phút. Để lắng. Bỏ phần hữu cơ và cho phần dung dịch nước vào bình nón 500 ml, thêm 50 ml dung dịch đậm và vài hạt chỉ thị eriochrom T đen rồi chuẩn độ ngay bằng dung dịch EDTA cho tới khi dung dịch chuyển từ màu đỏ sang xanh. Lượng EDTA tiêu tốn tương ứng với tổng hàm lượng canxi và magie.

4. TÍNH KẾT QUẢ

4.1. Hàm lượng canxi (X) tính bằng phần trăm theo công thức:

$$X = \frac{V.T. 500 . 1000 . 100}{G . 200 . 250}$$

trong đó:

V = thể tích dung dịch EDTA tiêu tốn cho chuẩn độ mẫu, tính bằng ml (sau khi đã trừ đi phần tiêu tốn cho mẫu trắng):

T — độ chuẩn của dung dịch EDTA tính bằng *g* canxi trong 1 ml;

500 — thể tích phần nước lọc sau khi tách silic dioxit, tính bằng ml;

200 — thể tích dung dịch lấy để xác định canxi, tính bằng ml;

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

1000 — thể tích dung dịch sau khi pha loãng và định mức, tính bằng ml;

G — lượng cân mẫu, tính bằng *g*.

4.2. Hàm lượng magie (X) tính bằng phần trăm theo công thức:

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot T \cdot 500 \cdot 1000 \cdot 100}{G \cdot 200 \cdot 250}$$

trong đó:

V — thể tích dung dịch EDTA tiêu tốn cho chuẩn độ tổng lượng canxi và magie, tính bằng ml;

V₁ — thể tích dung dịch EDTA tiêu tốn cho chuẩn độ canxi (sau khi đã trừ đi phần tiêu tốn cho chuẩn độ mẫu trắng) tính bằng ml;

T — độ chuẩn của dung dịch EDTA tính bằng số *g* magie trong 1 ml;

500 — thể tích phần nước lọc sau khi tách silic dioxit, tính bằng ml;

200 — thể tích dung dịch lấy để xác định tổng lượng canxi và magie, tính bằng ml;

1000 — thể tích dung dịch sau khi pha loãng và định mức, tính bằng ml;

250 — thể tích dung dịch lấy để chuẩn độ canxi, tính bằng ml;

G — lượng cân mẫu, tính bằng *g*.

4.3. Độ chính xác của phương pháp

Hàm lượng canxi hoặc magie, %	Sai lệch cho phép, %
Đến 1,0	0,20
Lớn hơn 1,0	0,25