

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

**TCVN 10552:2014
ISO 549:1981**

Xuất bản lần 1

**QUẶNG MANGAN – XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG
NƯỚC LIÊN KẾT – PHƯƠNG PHÁP KHỐI LƯỢNG**

Manganese ores – Determination of combined water content – Gravimetric method

HÀ NỘI – 2014

Lời nói đầu

TCVN 10552:2014 hoàn toàn tương đương với ISO 549:1981.

TCVN 10552:2014 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC102 *Quặng sắt* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Quặng mangan – Xác định hàm lượng nước liên kết – Phương pháp khối lượng

Manganese ores – Determination of combined water content – Gravimetric method

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp khối lượng để xác định hàm lượng nước liên kết trong quặng mangan.

Tiêu chuẩn này được sử dụng cùng với ISO 4297.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau là cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi (nếu có).

TCVN 10548-1 (ISO 4296-1), *Quặng mangan – Lấy mẫu – Phần 1: Lấy mẫu đơn*.

TCVN 10548-2 (ISO 4296-2), *Quặng mangan – Lấy mẫu – Phần 2: Chuẩn bị mẫu*.

ISO 310, *Manganese ores – Determination of hygroscopic moisture content in analytical samples – Gravimetric method (Quặng mangan – Xác định hàm lượng ẩm trong mẫu phân tích – Phương pháp khối lượng)*.

ISO 4297, *Manganese ores and concentrates – Methods of chemical analysis – General instructions (Quặng và tinh quặng mangan – Phương pháp phân tích hóa học – Hướng dẫn chung)*.

3 Nguyên tắc

Tách nước liên kết bằng cách nung phần mẫu thử trong dòng không khí khô và thu vào ống hấp thụ có chứa magie perchlorat.

4 Hóa chất, thuốc thử

4.1 Magie perchlorat $[Mg(ClO_4)_2]$.

4.2 Chì oxide (PbO).

TCVN 10552:2014

4.3 Chì dioxide (PbO_2).

4.4 Acid sulfuric, ρ 1,84 g/ml.

5 Thiết bị, dụng cụ

Ví dụ minh họa về thiết bị được chỉ ra ở hình vẽ chỉ để tham khảo.

Thiết bị gồm một ống thạch anh (hoặc ống sứ) (D), có chiều dài từ 500 mm đến 600 mm, đường kính trong từ 18 mm đến 20 mm; phần cuối của ống dài 50 mm và đường kính trong từ 1 mm đến 2 mm.

Cách cuối ống một đoạn, hoặc nhồi một hỗn hợp gồm các phần bằng nhau của chì oxide (4.2), chì dioxide (4.3) và đá bọt nung hoặc đặt vào giấy bạc hình xoắn. Ống được đặt trong hai lò điện ống (C) và (E). Hai ống hấp thụ hình chữ U bằng thủy tinh (F) và (G) được nhồi magie perchlorat (4.1) và trước đó đã được bão hòa bằng khí carbon dioxide (tổng khối lượng của mỗi ống đã được nhồi không quá 40 g) và dụng cụ bằng kali carbonat (H) chứa acid sulfuric (4.4) được nối vào đoạn cuối ống, đầu kia nối với máy hút hoặc máy hút chân không đặc biệt.

Không khí dẫn qua thiết bị phải được làm khô trước. Để đạt được mục đích này, dùng hệ thống làm khô bao gồm bình rửa (A) chứa acid sulfuric (4.4) và cột (B) chứa magie perchlorat (4.1) được nối với đầu vào của ống (D).

6 Mẫu

Lấy mẫu đơn quặng mangan theo TCVN 10548-1 (ISO 4296-1).

Chuẩn bị mẫu quặng mangan theo TCVN 10548-2 (ISO 4296-2).

Sử dụng mẫu thử đã được nghiền đến cỡ không lớn hơn 100 μm (kiểm tra bằng sàng có cỡ lỗ thích hợp) và để khô trong không khí ở điều kiện phòng thử nghiệm.

7 Cách tiến hành

7.1 Phần mẫu thử

Cân 0,5 g đến 1 g mẫu thử cho vào thuyền bạch kim hoặc thuyền sứ.

7.2 Phép xác định

7.2.1 Kiểm tra độ kín khí của toàn bộ thiết bị. Trước khi tiến hành xác định, ngắt kết nối các ống hấp thụ ra và dẫn không khí qua với tốc độ 2 hoặc 3 bọt bóng trong một giây. Đồng thời bật lò ống (C) và nung tại nhiệt độ 800 °C đến 900 °C. Đốt phần ống chứa chì oxide (4.2 và 4.3) và đá bọt hoặc dây bạc xoắn tại nhiệt độ 200 °C đến 250 °C bằng lò điện (E). Nối các ống hấp thụ vào thiết bị và để trong 30 min và cho không khí đi qua trong 30 min. Sau đó tháo các ống hấp thụ, đưa lên đĩa cân và sau khoảng 30 min đến 35 min mở nhanh khóa ống để áp suất bên trong ống cân bằng

với áp suất khí quyển và cân từng ống. Sau khi cân, nối các ống hấp thụ vào thiết bị và mở van, cho không khí đi qua hơn 30 min đến 60 min. Cân lại các ống hấp thụ trong cùng điều kiện. Nếu kết quả hai lần cân thỏa mãn (trong giới hạn sai số cho phép của cân) đặt các ống hấp thụ tạm thời lên đĩa cân và tiến hành xác định nước liên kết.

7.2.2 Để nguội ống (D), đưa thuyền bạch kim hoặc thuyền sứ chứa phần mẫu thử (7.1) vào phần ống đặt trong lò (C), nối các ống hấp thụ vào thiết bị và dẫn không khí khô qua với tốc độ 2 bọt bóng một giây.

7.2.3 Đồng thời đốt phần ống (D), chứa các chì oxide (4.2 và 4.3) và bọt đá hoặc dây bạc xoắn ở nhiệt độ 250 °C đến 300 °C bằng lò điện (E). Cùng lúc bật lò ống (C), nâng nhiệt độ từ từ lên 800 °C đến 900 °C và dẫn không khí qua trong 30 min. Sau đó để nguội ống (D) trong khi vẫn dẫn không khí qua, tháo các ống hấp thụ, khóa van và đặt các ống hấp thụ lên đĩa cân trong khoảng 30 min đến 35 min để cân bằng nhiệt độ; mở nhanh van để cân bằng áp suất trong ống với áp suất khí quyển và sau đó cân các ống.

8 Biểu thị kết quả

8.1 Tính kết quả

Hàm lượng nước liên kết, biểu thị bằng phần trăm khối lượng, tính theo công thức:

$$\left[\frac{100 \times (m_2 - m_1)}{m_0} - A \right] \times K$$

Trong đó

m_0 là khối lượng phần mẫu thử, tính bằng gam;

m_1 là khối lượng các ống hấp thụ trước khi hấp thụ nước, tính bằng gam;

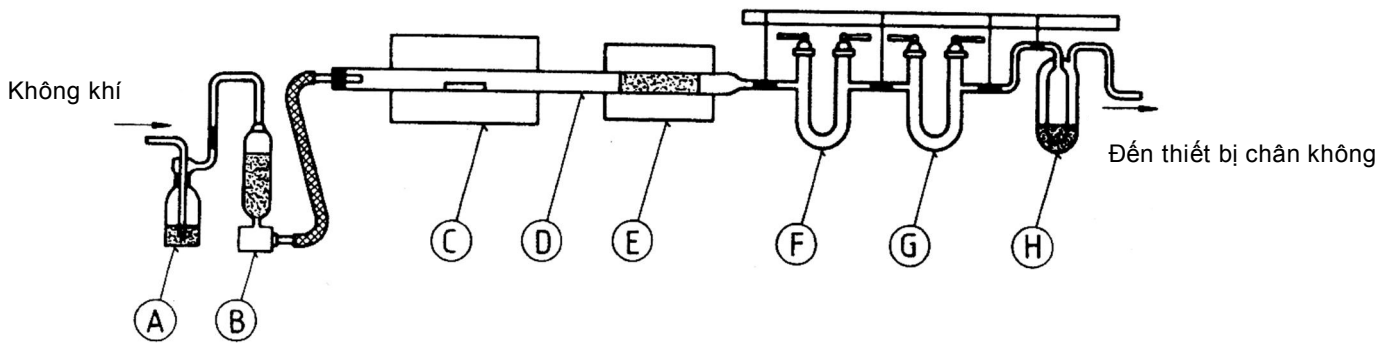
m_2 là khối lượng các ống hấp thụ sau khi hấp thụ nước, tính bằng gam;

A là hàm lượng ẩm xác định theo ISO 310, tính bằng phần trăm khối lượng;

K là hệ số chuyển đổi hàm lượng nước liên kết trên mẫu khô.

8.2 Sai số cho phép của kết quả các lần xác định song song

Hàm lượng nước liên kết, % (khối lượng)		Sai số cho phép, % (khối lượng)
Từ	Đến	
	1,0	0,050
1,0	3,0	0,075
3,0	5,0	0,100
5,0		0,150



CHÚ DẪN

- A Bình rửa chứa acid sulfuric (4.4)
- B Cột chứa magie perchlorat (4.1)
- C Lò điện ống
- D Ống thạch anh (hoặc sứ) trong chứa hoặc hỗn hợp chì oxide (4.2), chì dioxide (4.3) và đá bọt nung hoặc dây bạc hình xoắn
- E Lò điện ống
- F và G Hai ống hấp thụ chứa magie perchlorat (4.1) và đã được bão hòa bằng khí carbon dioxide
- H Dụng cụ bằng kali carbonat chứa axit sulfuric (4.4).

Hình 1 – Minh họa về thiết bị