TCVN **TIÊU CHUẨN VIỆT NAM**

TCVN 2828 : 1999
(ISO 6609 : 1985)

Soát xét lần 1

QUẶNG NHÔM – XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG SẮT – PHƯƠNG PHÁP CHUẨN ĐỘ

Aluminium ores – Determination of iron content – Titrimetric method

HÀ NỘI - 1999

Lời nói đầu

TCVN 2828 : 1999 thay thế TCVN 2828 - 79;

TCVN 2828 : 1999 hoàn toàn tương đương với ISO 6609 : 1985

TCVN 2828 : 1999 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn TCVN/TC 129 "Quặng nhôm" biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị và được Bộ Khoa học, Công nghệ và Môi trường ban hành.

Soát xét lần 1

Quặng nhôm – Xác định hàm lượng sắt – Phương pháp chuẩn độ

Aluminium ores – Determination of iron content – Titrimetric method

1 Phạm vi và lĩnh vực áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp chuẩn độ để xác định hàm lượng sắt trong quặng nhôm. Phương pháp đã được lựa chọn để tránh ảnh hưởng của platin có thể xảy ra khi sử dụng chén platin trong quá trình phân huỷ mẫu bằng axit.

Phương pháp này thích hợp cho việc phân tích quặng có chứa hàm lượng sắt oxít từ 2 đến 50 % (m/m).

2 Tiêu chuẩn trích dẫn

ISO 5725-1986 Độ chính xác của phương pháp thử. Xác định độ lặp lại và độ tái lập bằng thí nghiệm phân tích giữa các phòng thí nghiệm.

3 Nguyên tắc

Phân huỷ mẫu thử bằng cách nung với natri peroxyt sau đó nung chảy nhanh. Hoà tan khối đã nóng chảy bằng nước và axit clohidric. Xác định sắt bằng phương pháp chuẩn độ kali dicromat sau khi khử bằng thiếc (II) clorua và oxi hoá lượng chất khử dư bằng thuỷ ngân (II) clorua.

4 Hoá chất

Trong quá trình phân tích chỉ sử dụng các hoá chất có độ tinh khiết phân tích và chỉ dùng nước cất hoặc nước có độ sạch tương đương.

4.1 Natri peroxit

CHÚ THÍCH – Natri peroxit phải được bảo vệ khỏi bị hút ẩm và không được dùng khi nó bắt đầu vón cục.

4.2 Axit clohidric, ρ_{20} = 1,17 g/ml.

4.3 Axit sunfuric, ρ_{20} = 1,84 g/ml, pha loãng 1 + 19.

4.4 Hỗn hợp axit sunfuric - axit photphoric

Cẩn thận đổ 170 ml axit sunfuric (ρ_{20} = 1,84 g/ml) vào khoảng 300 ml nước, liên tục khuấy đều. Làm nguội trong bồn nước, cho thêm 150 ml axit photphoric (ρ_{20} = 1,70 g/ml) và pha loãng đến 1 lít.

4.5 Thiếc (II) clorua, dung dịch 100 g/l.

Cho 20 ml axit clohidric (4.2) vào cốc dung tích 100 ml và cho 10 g tinh thể thiếc (II) clorua ($SnCl_2.2H_2O$). Đun nhẹ, khuấy liên tục cho đến khi dung dịch trong. Làm nguội nhanh dung dịch và pha loãng đến 100 ml.

Cất giữ dung dịch này trong chai thuỷ tinh màu nâu sau khi cho thêm một ít thiếc hạt.

4.6 Thuỷ ngân (II) clorua, dung dịch 40 g/l

Hoà tan 40 g thuỷ ngân (II) clorua trong nước và pha loãng đến 1 lit.

4.7 Sắt (III) amoni sunfat, dung dịch chuẩn thể tích.

4.7.1 Chuẩn bị dung dịch

Hoà tan 47,5 g Sắt (III) amoni sunfat - 24 nước [$Fe_2(NH_4)_2(SO_4).24H_2O$] trong dung dich axit sunfuric (4.3).Chuyển vào bình định mức dung tích 1 lít và pha loãng đến vạch bằng chính axít đó.

4.7.2 Tiêu chuẩn hoá dung dịch

Dùng pipet lấy 10 ml dung dịch sắt (III) amoni sunfat (4.7.1) cho vào cốc đốt 400 ml và pha loãng đến khoảng 80 ml. Cho thêm 10 ml axit clohidric (4.2). Đun sôi nhẹ và cho thêm dung dịch thiếc (II) clorua (4.5) từng giọt một, khuấy liên tục cho đến khi mất màu vàng. Cho dư từ 1 đến 3 giọt. Làm nguội nhanh trong bồn nước. Cho ngay vào 10 ml dung dịch thuỷ ngân (II) clorua (4.6), khuấy nhẹ rồi để yên trong 5 phút.

Pha loãng đến khoảng 150 ml. Cho thêm 30 ml hỗn hợp axit sunfuric và axit photphoric (4.4) và 5 giọt chất chỉ thị (4.9), sau đó chuẩn độ bằng dung dịch kali dicromat chuẩn (4.8) cho đến khi xuất hiện màu tím ổn định lâu (30 giây). Ghi lại thể tích của dung dịch kali dicromat đã sử dụng (v_1).

CHÚ THÍCH – Trong trường hợp không có sắt, chất chỉ thị diphenylamin sunfonat không tác dụng với dung dịch dicromat. Do đó cho dung dịch sắt (III) amoni sunfat vào là cần thiết để làm cho chất chỉ thị có tác dụng chỉ thị trong dung dịch trắng và như vậy cho phép điều chỉnh thích hợp dung dịch trắng.

4.8 Kali dicromat, dung dịch chuẩn c[$K_2Cr_2O_7$] = 0,01667 mol/lít.

Sấy 6 g kali dicromat đã nghiền mịn trong tủ sấy ở nhiệt độ từ 140 đến 150°C trong 30 đến 60 phút. Làm nguội trong bình kín. Cân 4,904 g, hoà tan trong nước, pha loãng đến vạch trong bình định mức dung tích 1000 ml.

1ml $K_2Cr_2O_7$ với nồng độ 0,01667 mol/lit = 0,005585 g Fe

1ml $K_2Cr_2O_7$ với nồng độ 0,01667 mol/lit = 0,007985 g Fe_2O_3.

4.9 Dung dịch diphenylamin bari sunfonat.

Hoà tan 0,2 g diphenylamin bari sunfonat [$(C_6H_5NHC_6H_4SO_3)_2Ba$] trong một ít nước nóng và pha loãng đến 100 ml. Để ở chỗ mát và tối. Loại bỏ khi mất màu.

5 Thiết bị

Các dụng cụ phòng thí nghiệm thông thường và

5.1 Microburet, 1 ml, cấp chính xác A.

5.2 Chén zirconi, dung tích 40 đến 50 ml.

5.3 Cân, có độ chính xác đến 0,0001 g.

5.4 Bình hút ẩm chứa photpho (V) oxít làm chất hút ẩm

5.5 Burét, 50 ml, cấp chính xác A.

5.6 Lò muf, có khả năng duy trì nhiệt độ từ 480 đến 500°C.

6 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu

Mẫu phòng thí nghiệm được lấy và nghiền đến cỡ hạt lọt qua rây150 μm phù hợp với các phương pháp được qui định trong các tiêu chuẩn liên quan.

7 Tiến hành thử

7.1 Số lần thử

Tiến hành phân tích mẫu đúp và phân tích từng mẫu độc lập.

CHÚ THÍCH – Ở đây thuật ngữ "độc lập" có nghĩa là thay đổi người phân tích. Nếu như cùng một người phân tích thì phải tiến hành phân tích vào thời điểm khác nhau.

7.2 Mẫu thử

Cân khoảng 0,4 g mẫu thử với độ chính xác 0,000 1 g cho vào chén zircon và ghi lại khối lượng (m_1).

7.3 Phân tích mẫu trắng

Song song với quá trình phân huỷ mẫu thử, tiến hành chuẩn bị dung dịch trắng theo phương pháp phân huỷ mẫu nhưng không có mẫu thử. Khi tiến hành phân tích một số mẫu cùng lúc thì giá trị của mẫu trắng có thể do một lần phân tích mẫu trắng làm đại diện với điều kiện trình tự tiến hành như mẫu thử.

7.4 Phân tích kiểm tra

Mỗi lần tiến hành phân tích kiểm tra, phân tích mẫu chuẩn của cùng loại quặng sẽ được tiến hành song song và cùng điều kiện với việc phân tích mẫu quặng.

CHÚ THÍCH – Mẫu chuẩn qui định phải là mẫu cùng loại với mẫu thử. Tuy nhiên, mẫu đó không được xem là cùng loại nếu như tính chất của mẫu thử khác với tính chất của mẫu chuẩn qui định đến mức mà trình tự tiến hành phân tích phải thay đổi đáng kể.

7.5 Xác định

7.5.1 Phân huỷ mẫu

Lấy mẫu thử (7.2), cho thêm 5 ± 0,1 g natri peroxit (4.1). Trộn đều bằng thìa trộn niken. Đặt chén chứa mẫu vào lò muf (5.6), duy trì nhiệt độ từ 480 đến 500°C trong 45 phút. Lấy chén mẫu ra khỏi lò muf và dùng ngọn lửa đèn khò để nung chảy mẫu (khoảng 30 giây). Tiếp tục nung khối nóng chảy đồng thời đảo mẫu trong thời gian 2 phút.

Để chén nguội đến nhiệt độ phòng (có thể sử dụng khối kim loại để làm nguội cho nhanh) rồi đặt chén vào trong cốc đốt 400 ml. Cẩn thận cho thêm 50 ml nước rồi đậy cốc ngay bằng nắp kính.

Khi phản ứng ngừng, cho thêm 30 ml axit clohidric (4.2), đậy lại bằng nắp kính cho tới khi phản ứng lắng xuống. Rửa nắp đậy và thành cốc bằng nước vào dung dịch trong cốc.

7.5.2. Xác định sắt oxit

Lấy chén ra, rửa kỹ bằng nước nhưng phải giữ cho dung dịch trong cốc ít hơn 100 ml. Đảm bảo tất cả sắt hidroxit đã hoà tan. Đun nóng nếu cần. Cho 1 ml dung dịch sắt (III) amoni sunfat (4.7) vào dung dịch lấy từ dung dịch phân tích mẫu trắng.

Đun đến khoảng 80°C, cho thêm từng giọt dung dịch clorua thiếc (II) (4.5) đồng thời khuấy dung dịch cho đến khi màu vàng biến mất hoặc mất dần. Sau đó thêm từ 1 đến 3 giọt nữa. Làm nguội nhanh trong bồn nước.

CHÚ THÍCH – Boxit chứa nhiều titan sắt có thể làm tăng độ bền của màu vàng.

Cho thêm ngay một lúc 10 ml dung dịch thuỷ ngân (II) clorua (4.6), khuấy nhẹ rồi để yên trong 5 phút. Pha loãng đến khoảng 250 ml. Cho thêm 30 ml hỗn hợp axit photphoric và axit sunfuric (4.4) và 5 giọt chất chỉ thị (4.9) chuẩn độ bằng dung dịch kali dicromat (4.8) cho đến điểm xuất hiện màu tím bền (30 giây). Ghi lại thể tích chuẩn độ dung dịch phân tích (V_2) và dung dịch trắng (V_3).

CHÚ THÍCH – Đối với mẫu có hàm lượng Fe_2O_3 lớn hơn 20 % (m/m) sử dụng buret có dung tích 50 ml.

8 Biểu thị kết quả

8.1 Tính tổng hàm lượng sắt (tính bằng sắt oxit Fe_2O_3)

Tổng hàm lượng sắt (tính bằng sắt oxit Fe_2O_3) bằng phần trăm khối lượng, xác định theo công thức:

$$\frac{V_2 - (V_3 - 0{,}1V_1)}{m} \times 0{,}007985 \times 100$$

trong đó

V_1 là thể tích dung dịch chuẩn kali dicromat (4.8) đã được sử dụng để chuẩn độ 10 ml dung dịch sắt (III) amoni sunfat (4.7), tính bằng mililit;

V_2 là thể tích dung dịch chuẩn kali dicromat (4.8) đã được sử dụng để chuẩn độ mẫu thử, tính bằng mililit;

V_3 là thể tích dung dịch chuẩn kali dicromat (4.8) đã được sử dụng để chuẩn độ mẫu trắng, tính bằng mililit;

m là khối lượng của mẫu thử, tính bằng gam.

8.2 Xử lý chung các kết quả

8.2.1 Độ chính xác

Độ chính xác của phương pháp này đã xác định trong chương trình phân tích quốc tế, được biểu thị bằng độ lặp lại, độ tái lập và chỉ số độ tái lập trong bảng.

Bảng - Các số liệu về độ chính xác khi xác định sắt

Mẫu	Hàm lượng trung bình Fe_2O_3	Các phần tử của sai số chuẩn		Chỉ số độ tái lập
	% (m/m)	r	R	2s
MT/12/3	5,83	0,06	0,08	0,20

MT/12/1	17,41	0,14	0,14	0,39
MT/12/6	19,50	0,09	0,12	0,30
MT/12/2	43,30	0,13	0,12	0,35

trong đó :

r là độ lặp lại;

R là độ tái lập.

8.2.2 Sự chấp nhận giá trị kết quả phân tích (xem ISO 5725)

Giá trị kết quả phân tích mẫu thử sẽ được chấp nhận khi các kết quả phân tích mẫu chuẩn qui định tương ứng khớp với các kết quả nằm trong giới hạn chỉ số độ tái lập ghi ở bảng và khi chênh lệch giữa hai giá trị mẫu thử không vượt quá 2,77 r theo số liệu tính được từ giá trị thích hợp của r nêu trong bảng.

Khi giá trị kết quả phân tích mẫu chuẩn qui định vượt ra ngoài chỉ số độ tái lập thì sẽ thực hiện phân tích đồng thời mẫu thử, mẫu chuẩn qui định và một mẫu trắng. Giá trị kết quả phân tích mẫu chuẩn qui định sẽ được kiểm tra để chấp nhận giá trị mẫu thử như nêu ở trên. Nếu giá trị mẫu chuẩn qui định một lần nữa vượt ra ngoài giới hạn thì trình tự tiến hành phân tích được làm lại đối với mẫu chuẩn khác của cùng loại quặng cho đến khi cả hai giá trị có thể chấp nhận được.

8.2.3 Tính kết quả cuối cùng

Kết quả cuối cùng là trung bình số học của các giá trị phân tích có thể chấp nhận được được tính với bốn chữ số sau dấu phẩy và được làm tròn đến hai số sau dấu phẩy, cụ thể như sau:

a) khi chữ số thứ ba sau dấu phẩy nhỏ hơn 5 thì nó bị loại bỏ và chữ số thứ hai sau dấu phẩy được giữ nguyên không đổi;

b) khi chữ số thứ ba sau dấu phẩy là con số 5 và số thứ tư sau dấu phẩy khác số 0, hoặc số thứ ba sau dấu phẩy lớn hơn 5 thì số thứ hai sau dấu phẩy được tăng lên một;

c) khi chữ số thứ ba sau dấu phẩy là 5 và số thứ tư sau dấu phẩy là 0, thì số 5 sẽ được bỏ đi và số thứ hai sau dấu phẩy được giữ nguyên không đổi nếu như nó là 0, 2, 4, 6 hoặc 8 và được tăng thêm một nếu nó là 1, 3, 5, 7 hoặc 9.

Báo cáo kết quả

Báo cáo kết quả gồm các thông tin sau :

a) các chi tiết cần thiết để nhận biết về mẫu;

b) số hiệu tiêu chuẩn;

c) kết quả phân tích;

d) số lượng tham khảo kết quả;

e) các đặc trưng ghi nhận trong quá trình thử, mọi thao tác không qui định trong tiêu chuẩn này nhưng có ảnh hưởng đến kết quả.