

QUẶNG BAUXIT		TCVN 2825 - 79
Phương pháp xác định hàm lượng silic dioxit		
Боксит Метод определения содержания двуокиси кремния	Bauxite. Method for the determi- nation of silic dioxide content	Khuyến khích áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp phân tích hóa học xác định hàm lượng silic dioxit trong quặng bauxit bằng phương pháp khối lượng. 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 phá mẫu bằng cách nung chảy mẫu với natri hoặc kali cacbonat. Tách kết tủa ra bằng nước nóng, nung và xử lý kết tủa bằng axit flohidric.

Hàm lượng silic dioxit được tính bằng hiệu số khối lượng trước và sau khi xử lý bằng axit flohidric.

2. HÓA CHẤT VÀ DỤNG CỤ

Natri hidroxit;

Axit clohidric theo TCVN 1556 — 74 và dung dịch (1 + 3);

Axit sunfuric (1,84);

Axit flohidric (1,70);

Gelatin, dung dịch 1 %, pha trong nước, khuấy đều và chỉ đun nóng tránh đun sôi;

Chén niken

Chén platin

3. CÁCH TIẾN HÀNH

3.1. Phá mẫu

3.1.1. Phá mẫu bằng kali hoặc natri cacbonat

Cân 0,5 g mẫu vào chén platin. Trộn cẩn thận với 2 g kali hoặc natri cacbonat không ngậm nước và đem nung chảy trong lò ở 1100°C. khoảng 20 — 30 phút. Sau khi để nguội chuyển chất nung chảy vào cốc dung tích 250 ml và thêm vào đó 30 — 35 ml axit clohidric, thêm vào chén platin từng lượng nhỏ axit clohidric và đun trên bếp cách cát đến tan hoàn toàn kết tủa. Chuyển định lượng dung dịch thu được trong chén platin vào cốc dung tích 250 ml đã chứa sẵn chất nung chảy. Đậy cốc bằng nắp kính đồng hồ, đun đến tan hoàn toàn kết tủa.

3.1.2. Phá mẫu bằng kali hoặc natri hidroxit

Cân 0,5 g mẫu đã sấy khô ở 105 — 110°C vào chén niken. Nung mẫu với 7 g kali hoặc natri hidroxit đã đuổi hết nước ở 600°C trong vòng 20 — 30 phút. Để nguội, dùng nước nóng lấy định lượng khối nung chảy ra và cho vào cốc dung tích 250 ml. Hòa tan kết tủa bằng axit clohidric và cho thêm dư 10 — 15 ml nữa.

3.2. Tiến hành phân tích

3.2.1. Phương pháp trọng tải

Cô cạn dung dịch trên và làm khô kết tủa trên bếp cách cát. Dầm kết tủa ra thật mịn. Thêm 25 ml axit clohidric. Lại cô cạn dung dịch và làm khô kết tủa theo quy trình đã viết ở trên. Dầm nhỏ kết tủa. Thêm 30 — 40 ml axit clohidric nóng. Đun và khuấy đều, thêm 15 ml gelatin, khuấy đến khi tạo nhiều bọt. Để ở chỗ ấm 15 phút. Lọc dung dịch qua giấy lọc bằng xanh. Rửa kết tủa 2 — 3 lần bằng dung dịch axit clohidric 5% nóng. Tiếp tục rửa bằng nước nóng đến hết ion clorua (6 — 7 lần). Dung dịch và nước rửa để lại để xác định các nguyên tố khác (dung dịch I).

Sấy khô kết tủa và nung trong chén platin ở 900 — 1000°C trong một tiếng đồng hồ. Lấy ra, để nguội trong bình chống ẩm và cân.

Tầm ướt kết tủa bằng vài giọt nước, thêm 5 — 6 giọt axit sunfuric, 15 ml axit flohydric và cô đến khô trên bếp cách cát. Nung chén platin với kết tủa còn lại ở 900 — 1000°C trong 30 phút. Lấy ra để nguội trong bình chống ẩm và cân.

Kết tủa còn lại sau khi xác định silic dioxit được nung chảy với 1 — 2g kali hoặc natri perosunfat. Chất nung chảy sau khi để nguội hòa tan trong nước nóng đã được axit hóa bằng một vài giọt axit clohydric. Đồ lẫn dung dịch vừa nhận được với dung dịch I và định mức đến 250 ml bằng nước, lắc và giữ lại để xác định nhôm oxit, titan oxit và sắt oxit.

3.2.2. Phương pháp nhanh

Sau khi pha mẫu theo điều 4.1.1., tiến hành cô dung dịch nhận được đến khi còn lại 10 ml. Thêm 20 ml axit clohydric và khuấy thật cẩn thận thêm 10 ml dung dịch gelatin lại khuấy cẩn thận và để yên trong 5 phút. Thêm 40 — 50 ml nước sôi, khuấy đều và sau 2 — 3 phút lọc qua giấy lọc bằng đũa. Rửa kết tủa 3 — 4 lần bằng dung dịch axit clohydric 5 % nóng và bằng nước nóng đến hết ion clorua (6 — 7 lần). Tiếp tục tiến hành phân tích như đã ghi ở điều 4.2.1;

4. TÍNH KẾT QUẢ

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

$$X = \frac{(g - g_1) \cdot 100}{G}$$

trong đó:

g — khối lượng kết tủa trước khi xử lý bằng axit flohydric, tính bằng g;

g₁ — khối lượng kết tủa sau khi xử lý bằng axit flohydric, tính bằng g;

G — khối lượng mẫu đem phân tích, tính bằng g.

4.2. Độ chính xác của phương pháp

Hàm lượng silic dioxit %		Độ lệch cho phép, %
	Dến 5,0	0,20
Từ	5,0 " 15	0,30
"	15	0,40