

QUẶNG BAUXIT

Phương pháp xác định hàm lượng
magiê oxit và canxi oxit

TCVN

2829 - 79

Боксит
Метод определения
Содержания оксидов
магния и оксидов
кальция

Bauxite.
Method for the determi-
nation of magnesium
oxide and calcium oxide
contents

Khuyến khích
áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp phân tích hóa học xác định hàm lượng magiê oxit và canxi oxit bằng phương pháp chuẩn độ tạo phức EDTA. 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 sự tạo phức của magiê và canxi với EDTA trong phân nước lọc sau khi đã tách kết tủa hydroxit bằng urotropin. Điểm tương đương khi chuẩn độ tổng lượng magiê và canxi oxit được xác định theo eriochrom T đen; khi xác định riêng canxi oxit điểm tương đương được xác định theo chỉ thị fluorexon. Hàm lượng magiê oxit là hiệu số hàm lượng tổng số oxit của hai nguyên tố và canxi.

2. HÓA CHẤT

Axit clohydric theo TCVN 1556 - 74 và các dung dịch (1 + 1) 5% ;

Kali hydroxit dung dịch 25 % ;

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

Hydro peoxit, dung dịch 30 % ;

Natri dietylthiocarbamat ;

Axit atcobie;

EriochromT đen, hỗn hợp với kali clorua theo tỷ lệ (1+100);

Dung dịch đệm PH 10: hòa tan 54 g amoni clorua trong 200ml nước, thêm 350 ml amoni hydroxit (0,90) và định mức đến 1000ml.

Hỗn hợp chỉ thị huỳnh quang: trộn 0,2 g fluorexon với 0,12g thymolftalein và 20 g kali nitrat.

EDTA, dung dịch 0,001 M. Nồng độ của dung dịch được xác định bằng phép chuẩn độ tạo phức với dung dịch kẽm nitrat chuẩn (chỉ thị crom T đen axit (hỗn hợp khô với natri clorua). Dung dịch đã xác định nồng độ chính xác cần được bảo quản trong bình thủy tinh Jena hoặc tương đương.

3 CÁCH TIẾN HÀNH

3.1. Trộn 0,5 g mẫu với 2 g kali cacbonat trong chén platin và nung ở 1000°C trong 20 phút. Để nguội. Lấy hỗn hợp nóng chảy ra bằng nước nóng cho vào cốc dung tích 250 ml. Tráng thành chén bằng dung dịch axit clohydric 5%. Hòa tan thể nhão thu được bằng 20 ml axit clohydric (1+1). Thêm vào dung dịch 0,2 g kali peroxit và trung hòa dung dịch bằng dung dịch kali hydroxit 25% cho tới khi xuất hiện kết tủa hydroxit. Hòa tan ngay kết tủa đó bằng vài giọt axit clohydric (1+1). Thêm 20 ml dung dịch urotropin 25% 0,3 g natri dietyldithiocacbamit và đun trong 20 phút trên bếp cách thủy. Chuyển dung dịch và kết tủa vào bình định mức 250 ml và thêm nước đến vạch. Lắc đều dung dịch và lọc qua giấy lọc khô vào cốc khô dung tích 250 ml. Bỏ nước lọc đầu tiên.

3.2. Xác định can xi

Hút 100 ml dung dịch từ bình định mức trên vào bình nón dung tích 250 ml. Thêm 4 đến 5 ml kali hydroxit 25%, vài hạt hỗn hợp chỉ thị huỳnh quang. Lắc đều và chuẩn độ bằng dung dịch EDTA 0,001 M đến tắt ánh sáng huỳnh quang xanh lá mạ.

3.3. Xác định tổng hàm lượng canxi và magie

Hút 100 ml dung dịch từ bình định mức như đã dùng để xác định canxi, vào bình nón dung tích 250 ml. Thêm vài hạt axit atcobie, 10 ml dung dịch đệm, vài hạt chỉ thị eriochromT đen.

Thêm 50 ml nước và chuẩn độ bằng dung dịch EDTA, 0,001 M đến chuyển màu dung dịch từ đỏ vàng sang xanh biển.

4. TÍNH KẾT QUẢ

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

$$X = \frac{T(V_1 - V_0) \times 2,5}{G} \times 100,$$

trong đó:

V_1 — thể tích dung dịch EDTA tiêu tốn cho chuẩn độ mẫu thử, tính bằng ml;

V_0 — thể tích dung dịch EDTA tiêu tốn cho chuẩn độ mẫu trắng, tính bằng ml;

T — độ chuẩn dung dịch EDTA tính theo canxi oxit (gCaO/ml); (đối với dung dịch EDTA 0,001 M thì $T = 0,000056$ gCaO/ml);

G — khối lượng mẫu thử tính bằng g

4.2. Hàm lượng magie oxit (X_1) tính bằng phần trăm theo công thức:

$$X_1 = \frac{T_1 [(V_2 - V_0) - (V_1 - V_0)]}{G} \times 2,5 \times 100,$$

trong đó:

V_2 — thể tích dung dịch EDTA tiêu tốn cho chuẩn độ tổng lượng canxi oxit và magie oxit trong mẫu thử, tính bằng ml;

V_0 — thể tích dung dịch EDTA tiêu tốn cho chuẩn độ tổng lượng trên đối với mẫu trắng, tính bằng ml;

V_1 — thể tích dung dịch EDTA tiêu tốn cho chuẩn độ canxi oxit trong mẫu thử, tính bằng ml;

T_1 — độ chuẩn của dung dịch EDTA tính theo magie oxit, tính bằng (g MgO/ml); (đối với dung dịch EDTA 0,001 M thì $T = 0,000040$ g MgO/ml);

G = khối lượng mẫu thử, tính bằng g.

4.3. Độ chính xác của phương pháp

Bảng 1

Hàm lượng canxi oxit, %	Độ lệch cho phép, %
Từ 0,06 đến 0,20	0,05
» 0,20 đến 0,50	0,08
» 0,50 » 2	0,10

Bảng 2

Hàm lượng magie oxit, %	Độ lệch cho phép, %
Từ 0,2 đến 0,8	0,06
» 0,8 » 1,0	0,10
» 1,0	0,20