

QUẶNG TINH CROMIT		TCVN 2731 - 87
Phương pháp xác định tổng hàm lượng		
Концентрат хромовой руды	Concentrate of chromium ore	Có hiệu lực từ 1-7-1988
Метод определения содержания общего железа	Method for determinations of total iron content	

Tiêu chuẩn này thay thế TCVN 2731 - 78, quy định phương pháp phân tích xác định tổng hàm lượng sắt trong quặng tinh cromit bằng phương pháp chuẩn độ oxy hóa khử, khi tiến hành xác định nhất thiết phải tuân theo những quy định chung cho các phương pháp phân tích hóa học trong TCVN 2727 - 87.

1. BẢN CHẤT PHƯƠNG PHÁP

Phân hủy mẫu bằng hỗn hợp axit pecloric và axit sunfuric để tách crom khỏi sắt dùng amoni hydroxit kết tủa sắt (III) ở dạng hydroxit. Khử sắt (III) đến sắt (II) bằng thiếc (II) clorua rồi chuẩn độ sắt (II) bằng dung dịch kali bieromat với chỉ thị natri. diphenylamin sunfonat.

2. HÓA CHẤT

Axit pecloric (1,87)

Axit sunfuric (1,84) và dung dịch (1 ÷ 1)

Axit clohydric (1,19) theo TCVN 2298 - 78, và dung dịch (1 ÷ 2) Hỗn hợp axit photphoric và axit sunfuric, chuẩn bị như sau: Hòa tan 150cm³ axit sunfuric (1,84) trong 500 cm³ nước, đã nguội, thêm 150cm³ axit photphoric (1,70) rồi thêm nước đến 1 lít.

Amoni hydroxit (0,9) và dung dịch (1 ÷ 100);

Dung dịch thiếc (II) clorua, chuẩn bị như sau: Cân 5g thiếc kim loại ở dạng hạt nhỏ (cỡ hạt 2 - 3mm) cho vào cốc dung tích

250cm³, thêm 50 cm³ axit clohydric (1,19), đun nhẹ cho thiếc tan hết. Thêm nước đến 100 cm³, thêm vào vài hạt thiếc kim loại và giữ trong bình nút kín. Dùng dung dịch mới pha.

Dung dịch thủy phân (II) clorua 5%.

Dung dịch muối Mo 0,025N, chuẩn bị như sau: hòa tan 10g muối Mo trong hỗn hợp gồm 250 cm³ nước cất và 100 cm³ axit sunfuric (1 ÷ 1), Định mức đến 1 lít.

Dung dịch kali bicromat 0,1 N pha từ ống chất chuẩn;

Dung dịch kali bicromat 0,025 N, chuẩn bị như sau: Hòa tan 1,2260 g kali bicromat tinh thể trong 1.000 cm³ nước cất

Dung dịch natri diphenylamin sunfonat 0,5% trong nước.

3. CÁCH TIẾN HÀNH

Cho 0,1 g mẫu dạng bột mịn, (cỡ hạt nhỏ hơn 0,06 mm) vào cốc dung tích 250 cm³, thấm ướt mẫu bằng vài giọt nước cất rồi thêm 10 cm³ axit pecloric và 5 cm³ axit sunfuric. Đặt cốc bằng nắp kính đồng hồ và đun trên bếp đủ làm sôi và bốc khói trắng mạnh trong 30 phút, thỉnh thoảng lắc đều. Để nguội, dùng 10—15 cm³ nước cất trắng rửa thành cốc. Đun tiếp đến khi mẫu tan hoàn toàn. Để nguội, thêm nước đến 50 cm³ nhỏ từng giọt amôni hydroxit vào dung dịch, lắc đều đến khi thấy dung dịch có mùi amôniac mạnh. Đun sôi, khuấy đều rồi để yên cho kết tủa tụ lại. Lọc qua giấy lọc bằng đỏ. Rửa kết tủa bằng dung dịch amôni hydroxit (1 ÷ 100) nóng 3—4 lần. Sau đó rửa tiếp bằng nước cất nóng cho tới khi nước lọc chảy ra không còn màu vàng của muối cromat nữa.

Dùng tia nước trắng nhanh phần lớn kết tủa vào cốc. Phần còn lại ở giấy lọc được hòa tan cẩn thận bằng 25 cm³ dung dịch axit clohydric (1 ÷ 2). Rửa lại giấy lọc nhiều lần bằng 50 cm³ nước cất nóng. Thu toàn bộ dung dịch hòa tan và nước rửa vào cốc đựng kết tủa lúc trước. Đun sôi và cô trên bếp cách cát đến khi dung dịch còn lại khoảng 30 cm³. Khử nhanh sắt (III) đến sắt (II)

ngay khi dung dịch còn nóng bằng cách nhỏ từng giọt thiếc (II) clorua cho đến kết màu vàng của dung dịch, thêm dư 1 - 2 giọt thiếc (II) clorua nữa. Tráng thành cốc bằng 10 cm³ nước cất. Làm lạnh bằng nước đến nhiệt độ phòng, thêm nhanh 10 cm³ dung dịch thủy ngân (II) clorua, lắc đều để yên vài phút. Thêm 15 cm³ hỗn hợp axit photphoric và axit sunfuric, 3 - 4 giọt chỉ thị natri diphenylamin sunfonat. Thêm nước đưa thể tích dung dịch đến 80 cm³. Chuẩn ngay lượng sắt (II) bằng dung dịch kali bieronat 0,025 N tới khi dung dịch chuyển sang màu tím (bền sau khi lắc kỹ 20 đến 30 giây).

4. TÍNH KẾT QUẢ

4.1 Tổng hàm lượng sắt (X) quy ra sắt (III) oxit tính bằng phần trăm, xác định theo công thức:

$$X = \frac{T.V}{G} \times 100,$$

trong đó:

T - Độ chuẩn của dung dịch kali bierômat dùng để chuẩn độ tính bằng số gam sắt (III) oxit ứng với 1 cm³ dung dịch này;

V - Thể tích dung dịch kali bieromat đã dùng để chuẩn độ, cm³;

G - Khối lượng mẫu, g;

4.2. Độ chuẩn T theo sắt (III) oxit của dung dịch kali bierômat dùng để chuẩn độ xác định qua sự so sánh với dung dịch pha từ ống chất chuẩn khi chuẩn độ cùng một thể tích (25 cm³) dung dịch muối Mo 0,025 N, được xác định theo công thức:

$$T = \frac{N \cdot 149,691 \cdot V_1}{1,0000 V_2}$$

trong đó:

V₁ - Thể tích dung dịch kali bierômat pha từ ống chất chuẩn dùng để chuẩn 25 cm³ dung dịch muối Mo 0,025 N, cm³;

V_2 : - Thể tích dung dịch kali bicromat thường dùng để chuẩn
 25 cm³ dung dịch muối Mo 0,025 N. cm³;

N - Nồng độ đương lượng của dung dịch kali bicromat pha
 từ ống chất chuẩn, N;

149,691 - Đương lượng gam của sắt (III) oxit, g.

4.3. Độ chính xác của phương pháp.

%

Tổng hàm lượng sắt (Fe ₂ O ₃)	Độ lệch cho phép
Từ 20 đến 30	0,20