

QUẶNG SẮT		TCVN
Phương pháp xác định hàm lượng sắt kim loại		1670 - 86
Руды железные	Iron ores	Có hiệu lực từ 01-07-1987
Метод определения содержания железа металлического	Method for determination of metallic iron content	

Tiêu chuẩn này thay thế cho TCVN 1670-75

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp phân tích xác định hàm lượng sắt kim loại lẫn vào trong quá trình chuẩn bị mẫu.

1. NGUYÊN TẮC CỦA PHƯƠNG PHÁP

Hòa tan sắt kim loại trong mẫu bằng rượu metylic chứa thủy ngân clorua và natri xalixilat. Natri xalixilat để tránh tạo thành các muối bazơ không hòa tan của sắt (III), còn rượu metylic để ngăn cản sự hòa tan của sắt oxit. Sắt trong dung dịch được xác định bằng phương pháp so màu ở dạng phức chất với sunfoxalixilat trong sự có mặt của đệm acetat ($\text{pH} = 5 \div 7$).

2. QUY ĐỊNH CHUNG

2.1. Mẫu để xác định hàm lượng sắt kim loại được chuẩn bị theo TCVN 1664 - 86.

2.2. Nước cất dùng trong tiêu chuẩn này phải phù hợp với TCVN 2117 - 77.

2.3. Các thuốc thử dùng trong tiêu chuẩn này phải là loại «TKHH» hoặc «THPT».

3. THIẾT BỊ VÀ THUỐC THỬ

Cân phân tích có độ chính xác đến 0,0002 g;

Máy so màu quang điện;

Amoniac, dung dịch 1:1;

Axit clohidric, dung dịch 1:4;

Natri axetat;

Axit sunfoxalixilic;

Natri xalixilat;

Thủy ngân clorua;

Rượu metylic;

Hỗn hợp dung môi hòa tan: hòa tan 2,5g thủy ngân clorua và 3g natri xalixilat trong 100ml rượu metylic; Amoni sunfoxalixilat dung dịch 100g/l: hòa tan 100g axit sunfoxalixilat trong 500-600ml nước, trung hòa dung dịch bằng dung dịch amoniac 1:1 trong sự có mặt của methyl da cam, thêm nước đến 1 lít và lắc đều;

Dung dịch đệm: hòa tan 500g natri axetat trong 600ml dung dịch axit clohidric 1:4, đun nóng dung dịch đến 60-70°C để nguội đến nhiệt độ phòng và thêm nước đến 1 lít;

Sắt kim loại có độ tinh khiết đến 99,99%;

Hydro peoxit, dung dịch 10%;

Dung dịch chuẩn sắt: Cân 0,1g sắt kim loại vào cốc dung tích 200ml, thêm 15ml axit clohidric và đun nóng đến tan hoàn toàn, sau đó thêm 2-3 giọt dung dịch hydro peoxit 10%, đun nhẹ đến khi dung dịch còn khoảng 10ml, để nguội, chuyển dung dịch vào bình định mức dung tích 1 lít, thêm nước đến mức và lắc đều, 1ml dung dịch chứa 0,1mg sắt.

4. CÁCH TIẾN HÀNH

4.1. Cân một khối lượng mẫu phụ thuộc vào hàm lượng sắt kim loại như chỉ ra ở bảng 1 vào bình nón khô dung tích 100ml, thêm 20ml hỗn hợp dung môi hòa tan và vừa lắc vừa đun cách thủy trong thời gian 5 ÷ 10 phút

Bảng 1

Hàm lượng sắt kim loại, %	Khối lượng mẫu, g
Từ 0,1 đến 0,2	1
Trên 0,2 đến 0,4	0,5
Trên 0,4 đến 1	0,2
Trên 1 đến 2	0,1

Đề nguội bình, chuyển dung dịch vào bình định mức dung tích 100ml, định mức bằng nước và lắc đều. Lọc khô dung dịch bằng giấy lọc mịn, bỏ một phần nước lọc đầu.

4.2. Lấy 20ml dung dịch vào bình định mức dung tích 100ml, thêm 5 giọt dung dịch axit clohidric 1:4, 2-3 giọt dung dịch hidro peoxit 10%, lắc đều và đun nhẹ đến sôi. Đề nguội bình, thêm 10ml dung dịch amoni sunfoxalixilat, 10ml dung dịch đậm, chú ý lắc đều dung dịch sau mỗi lần thêm thuốc thử, định mức bằng nước và lắc đều. Sau 10 phút đo mật độ quang của dung dịch ở bước sóng 430-480nm.

Đồng thời tiến hành thí nghiệm trắng

4.3. Xây dựng đường chuẩn: Cho vào các bình định mức dung tích 100ml, 20ml dung dịch thí nghiệm trắng và lần lượt 1, 2, 3, 4 và 5ml dung dịch chuẩn sắt, tương ứng 0,1; 0,2; 0,3; 0,4 và 0,5mg sắt. Sau đó thêm vào 5 giọt dung dịch axit clohidric 1:4, 10ml dung dịch amoni sufoxalixilat, 10ml dung dịch đậm, định mức bằng nước và lắc đều. Sau 10 phút đo mật độ quang của dung dịch ở bước sóng 430-480nm. Dung dịch so sánh là nước cất. Từ lượng sắt và mật độ quang tương ứng vẽ đường chuẩn.

5. TÍNH KẾT QUẢ

5.1. Hàm lượng sắt kim loại (%) theo phần trăm khối lượng được tính theo công thức:

$$X = \frac{m_1 \cdot K \cdot 100}{m \cdot 1000}$$

trong đó:

m_1 - Khối lượng sắt trong mẫu, tương ứng với đồ thị, mg;

m - Khối lượng mẫu tương ứng với phần dung dịch đem so màu, g;

K - Hệ số chuyển quặng sang quặng khô, tính theo công thức:

$$K = \frac{100}{100 - W}$$

trong đó:

W - độ ẩm của mẫu %, được xác định theo TCVN 1666. - 86

5.2. Sai lệch kết quả giữa hai lần xác định song song khi độ tin cậy $p=0.95$, không được vượt quá các giá trị nêu trong bảng 2.

%

Bảng 2

Hàm lượng sắt kim loại	Sai lệch cho phép
Từ 0,1 đến 0,2	0,06
Trên 0,25 đến 0,5	0,1
Trên 0,5 đến 1	0,15
Trên 1 đến 2	0,2