

<b>QUẶNG SẮT</b>		<b>TCVN 1674-86</b>
<b>Phương pháp xác định hàm lượng vanadi oxit</b>		
Руды железные Метод определения содержания ванадиума	Iron ores method for determi- nation of vanadi- um oxide content	Có hiệu lực từ 1-7-1987

Tiêu chuẩn này thay thế cho TCVN 1674 - 75

Tiêu chuẩn này áp dụng cho quặng sắt có hàm lượng vanadi đến 1 %.

### 1. NGUYÊN TẮC CỦA PHƯƠNG PHÁP

Đo mật độ quang của phức màu vàng photphovonfamvanadi khi thêm vào dung dịch mẫu axit photphoric và natri vonfapat.

### 2. QUY ĐỊNH CHUNG

2.1. Mẫu để xác định hàm lượng vanadi oxit được chuẩn bị theo tiêu chuẩn TCVN 1664 - 86.

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

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

### 3. THIẾT BỊ VÀ THUỐC THỬ

Cân phân tích có độ chính xác đến 0,002 g;

Máy so màu quang điện;

Hỗn hợp nung chảy; trộn đều natri cacbonat khan và natri peoxit theo tỷ lệ 1:1;

Axit clohidric, dung dịch 1:1;

Hiđro peoxit, dung dịch 1 % pha trước khi sử dụng;

Kali pemanganat, dung dịch 1 % ;

Natri nitrit, dung dịch 1 % ;

Axit photphoric, dung dịch 10 % ;

Rượu etylic ;

Dung dịch chuẩn vanadi :

Dung dịch A : cân 1,2860 g amoni vanadat và hòa tan trong 100 - 150 ml nước nóng. Để nguội, chuyển dung dịch vào bình định mức dung tích 1 lít, định mức bằng nước và lắc đều.

Dung dịch B : lấy 100 ml dung dịch A vào bình định mức dung tích 1 lít, định mức bằng nước và lắc đều.

1 ml dung dịch B chứa 0,1 mg vanadi (V) oxit

#### 4. CÁCH TIẾN HÀNH

4.1. Cân 1 g mẫu vào chén sắt hay niken đã cho sẵn 6 - 8 g hỗn hợp nung chảy và nung ở 650 - 700° C trong 15-20 phút đến khi khối nung chảy trong suốt. Để nguội và cho chén vào cốc dung tích 300 ml. Thêm 70 ml nước nóng, vài giọt rượu etylic và đun sôi nhẹ đến khi khối nung chảy tan rữa hết. Rửa chén bằng nước, chuyển dung dịch vào bình định mức dung tích 200 ml, để nguội, định mức bằng nước và lắc đều. Lọc khô dung dịch, bỏ một phần nước lọc đầu.

4.2. Lấy 25 ml dung dịch lọc khi hàm lượng vanadi (V) oxit lớn hơn 0,5 % hoặc 50 ml khi hàm lượng nhỏ hơn 0,5 % vào cốc dung tích 250 ml và trung hòa bằng dung dịch axit clohiđric 1 : 1 theo methyl cam và cho dư 1 - 2 ml nữa. Cò khô dung dịch, để nguội, làm ướt mẫu bằng 3 ml dung dịch axit clohiđric 1 : 1, thêm 5 ml nước và đun nhẹ cho tan hết nước kết tinh. Lọc dung dịch qua giấy lọc thường vào bình định mức 50 ml, rửa giấy lọc một vài lần bằng nước để thu được khoảng 30 - 40 ml dung dịch. Thêm 0,5 ml dung dịch hiđro peoxit và vừa lắc vừa thêm từng giọt dung dịch kali pemanganat đến xuất hiện màu hồng bền. Sau 3-5 phút vừa lắc vừa thêm từng giọt natri nitrit đến mất hoàn

toàn màu hồng của dung dịch và cho dư 1-2 giọt nữa. Sau đó thêm 2 ml dung dịch axit photphoric 1 : 2, lắc đều, thêm tiếp tục 1 ml dung dịch natri vonfamat, định mức bằng nước và lắc đều. Sau 20 phút đo cường độ màu của dung dịch ở bước sóng 400 nm. Sử dụng dung dịch so sánh cùng tiến hành song song với dung dịch mẫu và có đủ các thuốc thử.

4.3. Để xây dựng đường chuẩn lấy 0,00; 0,5; 1,0; 2; 3 và 5 ml dung dịch chuẩn B, tương ứng 0,05; 0,1; 0,2; 0,3 và 0,5 mg vanadi (V) oxit, thêm 3 ml dung dịch axit clohidric 1 : 1 và tiến hành tiếp tục như điều 4.2.

4.4. Khi hàm lượng vanadi (V) oxit nhỏ hơn 0,02 % mà cần thiết phải xác định thì tiến hành như sau: chuyển toàn bộ dung dịch phân tích đã hiện màu ở phần 4.2, cũng như dung dịch để xây dựng đường chuẩn ở phần 4.3. vào phễu chiết dung tích 250 ml, thêm vào đó 5 ml hỗn hợp Tetraclorua cacbon và isoamyllic (4 : 1), lắc mạnh 1 phút, để yên cho phân lớp và so màu lớp chiết như điều 4.2.

## 5. TÍNH KẾT QUẢ

5.1. Hàm lượng vanadi (V) oxit theo phần trăm khối lượng được tính theo công thức:

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

trong đó:

$m_1$  - khối lượng vanadi (V) oxit trong mẫu tương ứng với đường chuẩn, mg;

$m$  - khối lượng mẫu tương ứng với dung dịch mẫu để so màu, g;

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

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

trong đó: W là độ ẩm của mẫu, %, 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 sau:

%

Hàm lượng vanadi (V) oxit	Sai lệch cho phép
Đến 0,025	0,01
Trên 0,025 đến 0,05	0,015
Trên 0,05 đến 0,1	0,02
Trên 0,1 đến 0,25	0,03
Trên 0,25 đến 0,5	0,05
Trên 0,5 đến 1	0,07