

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

TCVN 2730-87

QUẶNG TINH CROMIT

PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CANXI OXIT

Concentrate of chromium ore

Method for determination of calcium oxide content

Tiêu chuẩn này thay thế TCVN 2730-76, quy định phương pháp phân tích hóa học xác định hàm lượng canxi oxit trong quặng tinh crôm bằng phương pháp chuẩn độ complexon. 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. BÀN CHẤT PHƯƠNG PHÁP

Hòa tan mẫu quặng trong hỗn hợp axit pecloric và axit nitric. Đuổi phần lớn crôm dưới dạng cromyl clorua, sau đó tách sắt, nhôm, titan và crôm dư dưới dạng kết tủa hidroxit bằng urotropin phần nước lọc đem chuẩn độ bằng complexon III để xác định hàm lượng canxioxit.

2. HÓA CHẤT

Axit clohidric (1,19) theo TCVN 2298 - 78, và dung dịch loãng (1 ÷ 100);

Axit pecloric (1,67);

Axit nitric (1,40);

Kali hidroxit, dung dịch 25%;

Urotropin (hexametylentêtramin), dung dịch 25%;

Amôni hidroxit, dung dịch 1÷1);

Complexon III (Muối dinatri của H₂DTA), dung dịch 0,005 M;

Pha theo TCVN 1272-72.

Hỗn hợp chỉ thị gồm 0,2 g fluoreaxon, 0,12g Thymophtalein và 20g kali nitrat đem nghiền nhỏ và trộn đều;

Natri clorua tinh thể.

3. CÁCH TIẾN HÀNH

Cân 0,3g mẫu, cho vào cốc 250 cm³, tắm ướt mẫu bằng vài giọt nước rồi thêm vào 30 cm³ axit pecloric (1,67) và 5 cm³ axit nitric (1,40). Đậy cốc bằng nắp kính đồng hồ và đun sôi nhẹ đến khi bắt đầu tách ra khói trắng của axit pecloric. Để nguội, tráng thành cốc và nắp kính đồng hồ bằng tia nước rồi lại tiếp tục đun đến bốc khói trắng. Lặp lại động tác trên cho tới khi tan hết mẫu quặng. Cho tiếp vào dung dịch 5g Natri clorua và sau đó là từng giọt axit clohidric (1,19) cho đến khi màu nâu vàng của cromyl clorua bay ra hết (khoảng 10 cm³ axit clohidric), ở đây một phần crôm (VI) bị khử xuống crôm (III). Đậy cốc bằng nắp kính đồng hồ và đun tiếp cho đến khi khí bốc ra không còn màu vàng nữa. Cho cẩn thận vào dung dịch từ 50 đến 100 cm³ nước rồi đun sôi trong 2 phút. Để nguội, pha loãng đến thể tích 100 cm³. Lại đun rồi trung hòa từ từ bằng dung dịch amoni hidroxit (1÷1, cho tới khi bắt đầu xuất hiện kết tủa hidroxit. Hòa tan ngay vẩn đục kết tủa đó bằng vài giọt axit clohidric loãng rồi thêm vào 15 cm³ dung dịch urotrofin 25% để kết tủa hoàn toàn các hidroxit.

Đun trên bếp cách thủy 15-20 phút ở nhiệt độ 70°C. Để nguội, chuyển toàn bộ kết tủa và dung dịch vào bình định mức 250 cm³ và pha nước đến vạch mức. Lắc đều rồi để lắng. Lọc phần dung dịch qua giấy lọc thường và khô vào một cốc khô, phần nước lọc đầu tiên bỏ đi.

Hút ra 100 cm³ nước lọc trên vào bình nón dung tích 250 cm³. Thêm vào đó 20 cm³ dung dịch kali hidroxit 25% và vài mg hỗn hợp chỉ thị, lắc cho tan hết rồi chuẩn độ bằng dung dịch complexon III 0,005M cho đến khi tắt ánh sáng huỳnh quang màu xanh lá mạ của dung dịch.

4. TÍNH KẾT QUẢ

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

$$X = \frac{V - V_1 \cdot T \cdot 2,5 \cdot 100}{G}$$

trong đó:

V - Thể tích dung dịch Complexon III đã dùng để chuẩn độ dung dịch mẫu, m³;

V₁ - Thể tích dung dịch Complexon III đã dùng để chuẩn độ dung dịch mẫu trắng, cm³;

T - Độ chuẩn của dung dịch Complexon III theo canxi oxit g/cm³

G - Khối lượng mẫu, g

4.2. Độ chuẩn T của dung dịch Complexon III, tính bằng số gam canxi oxit tương ứng với cm³ dung dịch chuẩn, được xác định theo công thức.

$$T = \frac{g \cdot 56,079}{100,088 \cdot V_2}$$

trong đó:

g - Khối lượng canxi cacbonat lấy để chuẩn độ, g;

56,079 - Phân tử gam canxi oxit, g;

100,088 - Phân tử gam canxi cacbonat, g;

V₂ - Thể tích dung dịch Complexon đã dùng để chuẩn độ canxi cacbonat, cm³

4.3. Độ chính xác của phương pháp.

%	
Hàm lượng canxi oxit	Độ lệch cho phép
Từ 0,25 đến 1	0,08