

QUẶNG APATIT Phương pháp thử Apatit ore Methods of test	TCVN 180-86
	Có hiệu lực từ 1-7-1987

Tiêu chuẩn này thay thế cho TCVN 180-65 và áp dụng cho quặng apatit loại I và loại II

1. QUY ĐỊNH CHUNG

1.1. Mẫu lấy để phân tích phải được nghiền mịn qua cối mã não hoặc cối sứ.

1.2. Thuộc thử dùng để phân tích phải là loại tinh khiết hoá học (TKHH) hoặc tinh khiết phân tích (TKPT).

1.3. Nước cất dùng để phân tích theo TCVN 2117-77.

1.4. Các phép xác định phải tiến hành song song trên hai lượng cân mẫu thử. Kết quả là trung bình cộng của kết quả hai mẫu đó trong phạm vi chênh lệch cho phép.

2. LẤY MẪU VÀ CHUẨN BỊ MẪU

2.1. Định nghĩa lô hàng và lược đồ lấy mẫu theo TCVN 1694-75. Lấy mẫu từ mỗi lô hàng apatit cùng loại. Khối lượng của mỗi lô hàng không được quá 1000 tấn.

2.2. Dùng xẻng và búa nhỏ để lấy mẫu. Xẻng để xúc và búa để đập những cục lớn khi gặp ở điểm lấy mẫu. Tuỳ theo vận chuyển apatit trên xe lửa hay goòng và áp dụng cách lấy mẫu như sau:

a) Nếu vận chuyển trên xe lửa, khi apatit được đổ thành đồng nhưng liền nhau có bề mặt san phẳng, mẫu lấy theo quy tắc phong bì (hình 1) . Khi apatit đổ thành đồng hình chóp trên toa xe mẫu sẽ được lấy ở mỗi đồng 3 điểm(hình 2). Trước lúc lấy mẫu trên toa xe hoặc đồng dùng xẻng gạt đi một lớp bề mặt dày ít nhất 150 mm. Khối lượng mẫu ban đầu lấy ít nhất ở mỗi toa là 6 kg.

b) Khi vận chuyển apatit trên các goòng, cứ 3 goòng lấy một mẫu, một lần lấy ít nhất 1 kg.

2.3. Lượng mẫu lấy được đem gộp chung lại, nghiền hoặc đập và sàng qua sàng có kích thước lỗ 15 mm, gộp chung lại , trộn đều và rút gọn theo phương pháp “ chia tư” đến khoảng 20-25 kg. Khẩn trương lấy mẫu để phân tích độ ẩm.

Phần còn lại trộn đều và rút gọn tiếp đến 0,5 4 0,8 kg. Sấy sơ bộ ở nhiệt độ khoảng 100°C đến khô, nghiền nhỏ và sàng qua rây kích thước lỗ 0,17 mm (theo TCVN 2230-77) hay nhỏ hơn

Chia mẫu theo phương pháp “ bàn cờ” đến khoảng 100 g. Lượng mẫu chia thành hai phần bằng nhau, Một phần gói lại để đem đi phân tích. Một phần cho vào lọ thủy tinh có nút kín, lưu lại trong khoảng 3 tháng để khi cần phân tích trọng tài. Trên gói và lọ ghi rõ: tên sản phẩm ; tên cơ sở sản xuất; số hiệu mẫu; Khối lượng lô hàng; số hiệu các toa xe lấy mẫu nơi gửi đi; ngày; tên người lấy mẫu; gia công mẫu; khối lượng mẫu.

2.4. Mẫu lấy để xác định tỷ lệ cỡ hạt của quặng apatit trong sản xuất phải lấy 5 % khối lượng của lô hàng. Nếu quặng vận chuyển trên toa tàu hoả hoặc trên goòng thì lượng mẫu tối thiểu để qua sàng phải là 1 toa tàu hoả một goòng, Khi lấy mẫu để xác định tỷ lệ cỡ hạt không được dùng để đập vỡ các cục quặng lớn.

3. PHƯƠNG PHÁP THỬ

3.1. Xác định anhidrit photphoric (P_2O_5) toàn phần bằng phương pháp khối lượng (phương pháp trọng tài)

3.1.1 Nguyên tắc của phương pháp

Dùng hỗn hợp axit mạnh để phân huỷ mẫu. Kết tủa photphat dưới dạng magie amoni photphat (MgNH_4PO_4) bằng hỗn hợp magie clorua- amoni clorua. Nung kết tủa ở nhiệt độ cao để chuyển thành magie pirophotphat ($\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$). Cân và tính ra thành phần anhidrit photphoric (P_2O_5).

3.1.2. Thuốc thử và dụng cụ

Axit clohydric ($d = 1,19$);

Axit nitric ($d = 1,4$);

Fenolftalein, dung dịch 0,1 % pha trong rượu etylic;

Magie clorua tinh thể, $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$;

Amoni xitrat, dung dịch 50 % chuẩn bị như sau: Hoà tan 500 g axit nitric trong khoảng 600 ml amoni hidroxit 25 % đến phản ứng trung hoà (thử bằng giấy quỳ hoặc chỉ thị vạn năng).

Sau đó để nguội, thêm nước đến 1 l và lọc;

Dung dịch Magie clorua- amoni clorua chuẩn bị như sau: Hoà tan 55 mg magie clorua ($\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) và 70 g amoni clorua (NH_4Cl) trong nước, thêm 250 ml amoni hidroxit 10 % (NH_4OH). Thêm nước đến 1 l và lọc;

Amoni hidroxit (NH_4OH), dung dịch 25 %; 10 %; 2,5 %

Hỗn hợp axit clohidric ($d = 1,19$) và axit nitric ($d = 1,4$) tỷ lệ 3:1

Lò nung 1000°C

Tủ sấy;

Chén nung dung tích 30 ml;

Bình hút ẩm;

Cốc thuỷ tinh chịu nhiệt;

Ống đông;

Bình định mức;

Pipet;

Bếp điện

3.1.3. Tiến hành xác định

Cân 2,5 g mẫu đã được nghiền mịn và sấy khô ở $100 \pm 105^\circ\text{C}$ chính xác đến 0,0002 g. Chuyển vào cốc dung tích 250 ml. Tẩm ướt bằng nước. Thêm vào cốc 40 ml hỗn hợp axit clohidric và axit nitric 3:1.

Đậy cốc bằng mặt kính đồng hồ. Đun sôi nhẹ trên bếp điện, thỉnh thoảng khuấy mẫu bằng đũa thuỷ tinh. Đun liên tục trong khoảng 1 giờ, lấy ra để nguội, tráng cẩn thận mặt kính đồng hồ. Chuyển hết dung dịch vào bình định mức dung tích 250 ml, định mức đến vạch bằng nước, lắc kỹ. Lọc khô dung dịch vào bình nón, bỏ phần nước lọc đầu. Lấy chính xác 50 ml dung dịch vào cốc dung tích 250 ml, thêm nước đến khoảng 100 ml. Cho vào 15 4 17 ml amoni xitrat và trung hoà bằng dung dịch amoni hidroxit 25 % đến mất màu hồng theo chỉ thị fenolftalein. Sau đó thêm từ từ 30 4 35 ml dung dịch hỗn hợp magie clorua-amoni clorua, vừa thêm vừa khuấy cho xuất hiện kết tủa trắng, cho vào 15 4 20 ml amoni hidroxit 25 % và tiếp tục khuấy liên tục trong 30 phút hoặc để lắng trong 4 –16 giờ. Nếu khuấy liên tục trong 30 phút thì để yên 1 giờ. Lọc qua giấy lọc định lượng mịn (băng xanh). Rửa gạn vài lần bằng dung dịch amoni hidroxit 2, 5 %, sau đó chuyển kết tủa lên giấy lọc. Tiếp tục dùng amoni hidroxit 2,5 % rửa kết tủa và giấy lọc cho đến khi thể tích nước rửa khoảng 100 4 150 ml. Chuyển kết tủa và giấy lọc vào chén nung đã nung và cân đến khối lượng không đổi. Đốt

cháy giấy lọc và nung ở nhiệt độ $950 \pm 1000^{\circ}\text{C}$ trong 2 giờ. Để nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng, nung và cân lại đến khối lượng không đổi

3.1.4. Tính kết quả

Hàm lượng anhidric photphoric (P_2O_5) toàn phần (X), tính bằng %, theo công thức sau:

$$m. 0,6379 \cdot 100$$

$$X = \frac{\text{üüüüüüüü}}{m_1}$$

m_1

trong đó:

m- khối lượng kết tủa magie pirophosphat cân được, tính bằng g;

m_1 - lượng cân mẫu lấy để kết tủa, tính bằng g;

0,6379- hệ số chuyển magie pirophosphat $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ra anhidrit photphoric.

Chênh lệch cho phép giữa hai kết quả xác định song song không quá 0,2 %

3.2. Xác định anhidric photphoric (P_2O_5) toàn phần bằng phương pháp thể tích.

3.2.1. Nguyên tắc của phương pháp

Dùng axit nitric ($d= 1,4$) và dung dịch 6 N;

Axit sunfuric hoặc axit nitric, dung dịch chuẩn 0,1 N ;

Kali hoặc natri nitrat, dung dịch 1%

Fenolftalein, dung dịch 0,1 % pha trong rượu etylic;

Amoni hidroxit, dung dịch 6 N;

Thuốc thử amoni molipbdat ($(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$, dung dịch 3 % chuẩn bị như sau: Hoà tan 27 g amoni nitrat (NH_4NO_3) ; 26,3 g axit xitric($\text{C}_8\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$) và 34 g amoni molipbdat($(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$) trong 832 ml nước, khuấy cho tan hết; thêm 127 ml axit nitric ($d= 1,4$). Đun sôi dung dịch và thêm 2 giọt dung dịch diamoni photphat 10 % để nguội, để lắng 24 giờ, lọc và bảo quản.

3.2.3. Tiến hành xác định

Cân 1 g mẫu đã nghiền mịn và sấy khô ở 105°C với độ chính xác 0,0002 g, chuyển vào cốc dung tích 250 ml. Tẩm ướt mẫu bằng nước, thêm từ từ 40 ml axit nitric ($d= 1,4$), đầy mặt kính đồng hồ. Đun sôi nhẹ và để sôi liên tục trong khoảng 30-45 phút, thỉnh thoảng khuấy đều để mẫu dễ tan. Để nguội tráng mặt kính đồng hồ bằng nước, cẩn thận chuyển hết dung dịch vào bình định mức dung tích 250 ml, định mức bằng nước đến vạch. Lắc kỹ, lọc khô dung dịch vào bình nón, tráng bỏ phần nước lọc ban đầu. Lấy 25-50 ml dung dịch vào cốc dung tích 250 ml. Thêm từng giọt amoni hidroxit 6 N đến bắt đầu xuất hiện kết tủa, sau đó dùng axit nitric 6 N hoà tan kết tủa. Thêm khoảng 25-30 ml nước, đun sôi. Sau đó vừa khuấy vừa thêm từ từ 50 ml dung dịch amon molipbdat 3 %, tiếp tục đun sôi 3 phút nữa. Để lắng 30 phút, lọc qua giấy lọc định lượng, mịn trung bình (bằng vàng). Rửa kết tủa bằng dung dịch kali nitrat hoặc natri nitrat 1 % cho đến hết axit (cách thử: 25 ml nước rửa thêm 3 giọt natri hidroxit 0,3 N; 1 giọt fenolftalein nếu không mất màu hồng là được). Chuyển kết tủa và giấy lọc vào cốc đã kết tủa. Dùng buret cho từ từ dung dịch natri hidroxit 0,3 N vào cốc để hoà tan kết tủa, cho dư khoảng 5 ml nữa, ghi thể tích tiêu tốn. Thêm 3-5 giọt fenolftalein, chuẩn lượng dư natri hidroxit bằng dung dịch chuẩn sunfuric hoặc axit nitric 0,1 N đến mất màu hồng.

3.2.4. Tính kết quả

Lượng anhidric photphoric toàn phần (X), tính bằng %, theo công thức:

$$(3V_1 - V_2) \cdot 0,0003087 \cdot 100$$

$$X = \frac{\text{üüüüüüüüüüüüüüüü}}{\text{üüüüüüüüüüüüüüüü}}$$

m

trong đó :

V_1 – thể tích dung dịch natri hidroxit 0,3 N dùng để hoà tan kết tủa, tính bằng ml;

V_2 - thể tích dung dịch tiêu chuẩn axit sunfuric hoặc axit nitric 0,1 N , tính bằng ml;

0,0003087 – khối lượng anhidric photphoric P_2O_5 tương ứng với 1 ml dung dịch natri hidroxit, 0,1 N tính bằng g;

m- lượng cân mẫu lấy để kết tủa, tính bằng g

3.3. Xác định độ ẩm

3.3.1. Dụng cụ

Hộp ẩm có nắp kín;

Tủ sấy;

Bình hút ẩm.

3.3.2. Cách tiến hành.

Cân 50 g mẫu chính xác đến 0,01 g vào hộp sấy ẩm đã sấy trước ở 105^0 C và cân đến khối lượng không đổi. Mở nắp hộp, sấy 3 giờ ở 105^0 C . Lấy ra , đậy nắp kín, để nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng và cân. Tiếp tục sấy lại và cân đến khối lượng không đổi.

3.3.3 Tính kết quả

Độ ẩm (X), tính bằng %, theo công thức:

$$X = \frac{m - m_1}{m} \cdot 100$$

trong đó:

m- khối lượng mẫu trước khi sấy, tính bằng g;

m_1 - khối lượng mẫu sau khi sấy, tính bằng g;

Chênh lệch cho phép giữa hai phép xác định song song không quá 0,2 %.

3.4. Xác định tỷ lệ cỡ hạt

Lấy mẫu theo mục 2.4. Dùng sàng có kích thước theo quy định để loại quặng có kích thước không phù hợp. Cân và tính tỷ lệ cỡ hạt của quặng đạt yêu cầu theo công thức sau:

$$X = \frac{(m - m_1) \cdot 100}{m}$$

trong đó:

m- khối lượng quặng lấy để sàng, tính bằng kg.

m_1 - khối lượng quặng không đạt yêu cầu, tính bằng kg.