

Cộng hòa xã hội Chủ nghĩa Việt nam	<b>GANG THÉP</b>	<b>TCVN 1818 - 76</b>
Ủy ban khoa học và kỹ thuật nhà nước	Phương pháp phân tích hóa học Xác định hàm lượng đồng	<b>Nhóm B</b>
Cục Tiêu chuẩn		

Tiêu chuẩn quy định phương pháp xác định hàm lượng đồng:

- a) Từ 0,01 đến 0,5% theo phương pháp chiết thể so màu;
- b) Từ 0,1 đến 1% theo phương pháp khối lượng.

### 1. QUY ĐỊNH CHUNG

1.1. Theo TCVN 1811 - 76.

1.2. Nước dùng cho quá trình phân tích là nước cất hai lần.

### 2. PHƯƠNG PHÁP CHIẾT THỂ SO MÀU

2.1. Thiết bị và hóa chất

Máy so màu quang điện và các phụ tùng kèm theo.

Axit sunfuric ( $d = 1,84$ ), dung dịch (1 : 4);

Axit nitric ( $d = 1,40$ );

Axit axetic, dung dịch (1 : 3);

Axit tartaric, dung dịch 10%, trong nước;

Amoni hydroxyt, dung dịch 25% và dung dịch pha loãng (1 : 1);

Chì axetat, dung dịch 1% trong axit axetic (1 : 3);

Clorofom hoặc cacbon tetraclohua;

Natri dietyladithiocacbamát;

Kali xianua, dung dịch 5%;

Kali nitrat, dung dịch 10%;

Crezon đỏ, dung dịch 0,1% trong rượu etylic;

Phòng thí nghiệm trung tâm Công ty gang thép Thái nguyên biên soạn	Ủy ban Khoa học và Kỹ thuật Nhà nước duyệt y ngày 11-11-1976	Có hiệu lực từ 1-1-1978
--	--	----------------------------

Chi dietyladiithiocachamat trong clorofom, cách chuẩn bị như sau: cho vào phễu chiết dung tích 100 ml lần lượt 2 ml dung dịch chi axetat, 1 ml kali nitrat, 1 ml kali xianua, lắc đều, thêm 2 ml natri dietyladiithiocachamat; hòa tan kết tủa trắng tạo thành trong 50 ml clorofom. Tách lớp hữu cơ vào phễu chiết khác, vớt bỏ phần nước. Rửa lớp hữu cơ bằng nước hai hay ba lần. Lọc dung dịch chi dietyladiithiocachamat trong clorofom qua phễu và giấy lọc định lượng chảy nhanh, khô, vào bình khô màu tối có nút mài.

Dung dịch đồng tiêu chuẩn:

Dung dịch A: hòa tan 0,50 g đồng kim loại trong 20 ml axit nitric trên bếp điện. Để nguội. Chuyển dung dịch vào bình định mức dung tích 1 lít, thêm nước đến vạch, lắc đều. 1 ml dung dịch chứa 0,0005 g đồng.

Dung dịch B: lấy chính xác 50 ml dung dịch A cho vào bình định mức dung tích 500 ml, thêm nước đến vạch, lắc đều. 1 ml dung dịch chứa 0,00005 g đồng.

## 2.2. Cách tiến hành

Cán 0,25 — 0,5 g mẫu cho vào bình nón dung tích 100 ml. Thêm 15 ml axit sunfuric (1: 4), đun nóng nhẹ để hòa tan mẫu. Sau đó thêm từng giọt axit nitric ( $d = 1,40$ ) đến ngừng sủi bọt. Đun tiếp để đuổi nitơ oxit. Để nguội. Chuyển dung dịch vào bình định mức dung tích 100 ml; thêm nước đến vạch, lắc kỹ.

Lấy chính xác 10 — 20 ml dung dịch trên (chứa không lớn hơn 0,5 mg đồng) cho vào cốc dung tích 100 ml. Thêm vào đó 10 ml axit tartaric; khuấy đều; thêm 3 giọt crezon đỏ. Trung hòa dung dịch bằng amoni hydroxyt (1: 1) đến màu tím đỏ, cho dư 10 ml. Chuyển dung dịch vào phễu chiết dung tích 100 ml; thêm 10 ml chi dietyladiithiocachamat trong clorofom. Lắc phễu một phút rưỡi và để lắng nửa phút. Chiết lớp hữu cơ vào bình định mức dung tích 25 ml. Sau đó lại thêm vào phễu chiết 10 ml chi dietyladiithiocachamat, chiết lại lần thứ hai cũng vào bình định mức 25 ml trên, thêm clorofom đến vạch. Lọc dung dịch qua giấy lọc chảy chậm và phễu khô vào cuvet thích hợp (đây nắp cuvet). Đo ngay cường độ màu với kính lọc chàm có độ truyền sóng cực đại ở 430 nm.

Dung dịch so sánh được chuẩn bị như sau : cho vào bình nón dung tích 100 ml 15 ml axit sunfuric (1 : 4), đun nóng. Thêm vài giọt axit nitric ( $d = 1,40$ ) và tiếp tục như đã trình bày ở mục 2.2.

### 2.3. Xây dựng đường chuẩn

Cho vào các cốc dung tích 100 ml lần lượt 0,00, 2,00, 4,00, 6,00, 8,00, 10,00 ml dung dịch tiêu chuẩn B, tương ứng với 0,00; 0,0001; 0,0002; 0,0003; 0,0004; 0,0005 g đồng. Cho vào mỗi cốc 10 ml axit tatric; 3 giọt crezon đỏ; trung hòa dung dịch bằng amoni hydroxyt (1 : 1); tiếp tục như đã trình bày ở mục 2.2. Dựa vào hàm lượng đồng và mật độ quang tương ứng vẽ đường chuẩn. Hàm lượng đồng chứa trong mẫu tìm theo đường chuẩn

### 2.4. Xử lý kết quả

Chênh lệch giữa các kết quả xác định song song không được lớn hơn giá trị chênh lệch cho phép nêu ở bảng 1. Nếu lớn hơn phải xác định lại. Kết quả cuối cùng là trung bình cộng của ba kết quả xác định song song.

Bảng 1

Hàm lượng đồng, %	Chênh lệch cho phép, % (tuyệt đối)
Từ 0,01 đến 0,05	0,005
» 0,05 » 0,10	0,007
» 0,10 » 0,30	0,03
» 0,30 » 0,50	0,05

## 3. PHƯƠNG PHÁP KHỐI LƯỢNG

### 3.1. Nguyên tắc

Ion đồng hóa trị một tạo với anion của muối rênêch  $[\text{Cr}(\text{CNS})_4(\text{NH}_3)_2]$  thành kết tủa không tan màu vàng, kết thúc bằng phương pháp khối lượng.

### 3.2. Thiết bị và hóa chất

Máy bơm chân không;

Tủ sấy có nhiệt độ từ 0 đến 200°C;

Axit clohidric ( $d = 1,19$ ), dung dịch (1 : 1) và (1 : 5);

Axit sunfuric ( $d = 1,20$ );

Amoni thioxianat ;

Kali bicromat ;

Thiếc (II) clorua, cách chuẩn bị như sau : hòa tan 30 gam  $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  trong 150 ml axit clohidric ( $d = 1,19$ ) vào 500 ml nước. Cho thêm 0,5 g thiếc kim loại ; đun đến tan muối ;

Muối reinéché, cách chuẩn bị như sau : nấu chảy 100 g amoni thioxianat trong bát sứ. Thêm 24 g bicromat theo từng lượng nhỏ, khuấy liên tục. Để nguội. Thêm 400 ml nước (thể tích dung dịch không quá 800 ml). Chuyển dung dịch vào cốc dung tích 1 lít. Ngâm cốc trong nước lạnh ; khuấy 10 phút. Lọc kết tủa qua giấy lọc chảy chậm. Rửa kết tủa 2 lần, mỗi lần bằng 50 ml nước. Giữ dung dịch lọc 24 giờ để kiểm tra xem đã kết tủa hoàn toàn chưa. Sấy khô muối, lúc đầu ngoài không khí, sau đó trong bình hút ẩm.

Hòa tan 1 g muối reinéché trong 40 ml axit clohidric (1 : 5) ở  $60 \pm 10^\circ\text{C}$ . Lọc qua giấy lọc chảy vừa. Dung dịch chỉ pha trước khi dùng 15 phút.

### 3.3. Cách tiến hành

Lấy lượng cân mẫu theo bảng 2.

Bảng 2

Hàm lượng đồng, %		Lượng cân mẫu, g
	Đến 0,5	5
Từ 0,5	» 1,0	2,5
Trên 1,0	»	1,0

Cho vào cốc dung tích 400 ml. Thêm vào đó 80 ml axit clohidric (1 : 1) ; đậy cốc bằng mặt kính đồng hồ. Sau khi mẫu tan hoàn toàn, để nguội đến nhiệt độ khoảng  $60^\circ\text{C}$ . Lọc cặn không tan (grafit, cacbua, silic) qua giấy lọc trung bình. Rửa kết tủa bằng axit clohidric pha loãng (1 : 5). (Lượng nước rửa và dung dịch không quá 120 ml). Đun dung dịch lọc đến khoảng  $80^\circ\text{C}$ . Cho vào đó 50 ml dung dịch thiếc clorua. Sau một phút, thêm 40 ml dung dịch muối reinéché mới pha. Kết tủa tạo thành để lắng từ 4 đến 6 giờ ở  $40 - 60^\circ\text{C}$ .

Lọc kết tủa qua chén lọc số 4 có bơm hút chân không. Khi lọc, cần tinh thể nào để 25ml dung dịch nhẩy trong 2 — 3 phút, kết tủa trong quá trình lọc phải luôn luôn ngập trong dung dịch. Rửa kết tủa bằng axit clohidric (1: 5) nóng từ 3 đến 5 lần. Rửa lại bằng nước nóng để loại ion clo. Sấy kết tủa ở  $115 \pm 2^\circ\text{C}$  đến khối lượng không đổi. Để nguội và cân.

### 3.4. Cách tính kết quả

Hàm lượng đồng (Cu) chứa trong mẫu tính bằng phần trăm (%), theo công thức:

$$\text{Cu} = \frac{G_1 \cdot 0,1664}{G} \cdot 100$$

trong đó:

$G_1$  — khối lượng kết tủa, tính bằng g;

$G$  — lượng cân mẫu, tính bằng g;

0,1664 — hệ số chuyển từ muối Cu [Cr (CNS)<sub>4</sub> (NH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>] sang Cu.

### 3.5. Xử lý kết quả

Chênh lệch giữa các kết quả xác định song song không được lớn hơn giá trị chênh lệch cho phép nêu ở bảng 3. Nếu lớn hơn phải xác định lại. Kết quả cuối cùng là trung bình cộng của ba kết quả xác định song song.

Bảng 3

Hàm lượng đồng, %	Chênh lệch cho phép, % (tuyệt đối)
Từ 0,05 đến 0,30	0,01
» 0,30 » 0,50	0,02
» 0,50 » 1,00	0,03
Trên 1,00	0,04

#### Chú thích:

1) Trường hợp mẫu phân tích chứa hơn 0,5% silic thì hòa tan mẫu ở nhiệt độ thấp, sau đó đun cách thủy. Sau khi mẫu tan hết, bốc hơi dung dịch đến khô và giữ ở  $140^\circ\text{C}$  trong 10 — 20 phút. Hòa tan cạn khô trong 20ml axit clohidric (1:1) và thực hiện các giai đoạn như đã trình bày ở trên.

2) Trường hợp mẫu chứa nhiều sắt, 50 ml thiếc clorua không đủ khử, cho thêm thiếc clorua đến hết màu vàng của sắt (III) clorua.

3) Kiểm tra độ tinh khiết của muối rênéclé và các thuốc thử: hòa tan 0.5 g đồng kim loại vào axit clohidric (1:1), thêm một ít kali clorat. Sau khi tan hoàn toàn, đun sôi dung dịch. Để nguội. Thêm nước đến vạch, lắc đều. 1 ml dung dịch này chứa 1 mg đồng.

Lấy chính xác 10 ml dung dịch trên cho vào cốc dung tích 400 ml. Thêm vào đó 80 ml axit clohidric (1:1). Đun nóng dung dịch đến 80°C. Khử đồng hóa trị II, kết tủa bằng muối rênéclé. Kết tủa nhận được có khối lượng là  $60,1 \pm 2$  mg. Trường hợp không đúng, phải chuẩn bị lại thuốc thử và các dung dịch.

---

## DÍNH CHÍNH GANG THÉP

Trang	dòng, cột, ô	In sai	Sửa lại
5	dòng 4 đl	Axit sunfuric ( $d=1,84$ )	(bổ ãi)
8	dòng 17	Axit nitric	Axit nitric
26	dòng 11	xiriconic	xiriconi
33	dòng 20 đl	bổ hơi.	bổ hơi).
47	dòng 2	dung dịch nhầy trong	dung dịch chảy trong