

|  |   |   |
|--|---|---|
| Cộng hòa xã hội<br>chủ nghĩa Việt nam<br><br>Ủy ban khoa học và<br>kỹ thuật nhà nước<br><br>Cục Tiêu chuẩn | <b>GANG THÉP</b><br><br>Phương pháp phân tích hóa học<br>Xác định hàm lượng niken | TCVN<br><b>1813 - 76</b><br><br><hr/> <b>Nhóm B</b> |
|--|---|---|

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp phân tích để xác định hàm lượng niken:

Lớn hơn 0,2% — theo phương pháp khối lượng;

Nhỏ hơn 0,2% và hàm lượng đồng không quá 1% — theo phương pháp so màu.

### 1. QUY ĐỊNH CHUNG

Theo TCVN 1811 — 76.

### 2. PHƯƠNG PHÁP KHỐI LƯỢNG

#### 2.1. Nguyên tắc

Kết tủa niken bằng dimethylglyoxim trong dung dịch amoni hydroxyt, sấy, cân kết tủa và tính chuyển sang niken. Nếu hàm lượng đồng trên 0,5% thì tách loại bằng hydro sunfua. Oxy hóa coban có trong mẫu bằng amoni pesunfat; tách loại các nguyên tố cản trở khác bằng axit tatric.

#### 2.2. Hóa chất

Axit clohidric ( $d = 1,19$ ), dung dịch (1 : 1); (1 : 4); (1 : 10);

Axit nitric ( $d = 1,40$ ), dung dịch (1 : 1);

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

Axit flohidric, dung dịch 40%;

Amoni hydroxyt ( $d = 0,91$ );

Natri hydroxyt, dung dịch 10%;

Axit tatric, dung dịch 500 g/l;

Amoni pesunfat, dung dịch 20%;

Phòng thí nghiệm trung  
tâm Công ty gang thép  
Thái nguyên biên soạn

Ủy ban Khoa học và  
kỹ thuật Nhà nước  
duyet y ngày 11-11-1976

Có hiệu lực  
từ 1-1-1978

Dimethylglyoxim, dung dịch, cách chuẩn bị như sau: hòa tan 10 g dimethylglyoxim trong 1 lit etanola 96 %; lọc dung dịch trước khi dùng:

Kali pirosunfat;

Amoni clorua, dung dịch bão hòa.

### 2.3. Cách tiến hành

2.3.1. Mẫu không chứa vonfam, coban và chứa ít hơn 0,5 % đồng

Lấy lượng cân mẫu theo bảng 1:

Bảng 1

| Hàm lượng niken, % | Lượng cân mẫu, g |
|--------------------|------------------|
| Trên 0,2 đến 2,0   | 2,0              |
| » 2,0 » 4,0        | 1,0              |
| » 4,0 » 10,0       | 0,5              |
| » 10,0 » 30,0      | 0,2              |

Cho vào cốc dung tích 400 ml. Thêm 30 ml axit clohidric (1 : 1); đun nóng đến tan mẫu. Thêm từng giọt axit nitric (1 : 1) đến khi dung dịch ngừng sủi bọt. Tiếp tục đun, bốc hơi dung dịch đến khô. Tầm ướt cạn khô bằng axit clohidric ( $d = 1,19$ ); lại bốc hơi đến khô để loại axit nitric; tiếp tục đun nóng đến 140°C. Nếu hàm lượng silic chứa trong mẫu lớn (trên 4%) thì sấy cạn khô ở nhiệt độ 130°C trong 1 giờ. Để nguội. Hòa tan cạn khô trong 10 ml axit clohydric (1 : 1); đun nhẹ dung dịch. Pha loãng dung dịch bằng nước nóng (60—70°C) đến thể tích 100 — 150 ml; đun sôi. Lọc kết tủa qua giấy lọc định lượng chảy vừa. Rửa kết tủa và giấy lọc ba lần bằng axit clohidric nóng (1 : 10) và bằng nước nóng đã được axit hóa bằng axit clohydric (1 : 100) đến hết ion sắt (thử lại bằng amoni thioxianat). Cho kết tủa và giấy lọc vào chén platin, sấy, tro hóa. Nếu kết tủa trong chén có màu, phải tách loại silic bằng axit flohidric và axit sunfuric, sau đó nung chảy cạn với pirosunfat. Hòa tan khối nung chảy bằng nước, thêm vài giọt axit clohidric (1 : 1); lọc. Dung dịch lọc thu được gộp chung với dung dịch đầu.

Thêm vào dung dịch nhận được 40 ml axit tatric 500 g/l. Nhỏ giọt amoni hydroxyt đến có phản ứng kiềm yếu. Pha loãng dung dịch bằng nước đến thể tích 300 hay 400 ml, tương ứng với hàm lượng niken. Axit hóa dung dịch đến có phản ứng axit yếu bằng axit clohidric (1 : 4) (thử bằng chỉ thị metyla đỏ). Đun dung dịch đến khoảng 50°C; thêm 25 ml dung dịch dimetyl glyoxim. Sau đó vừa khuấy vừa nhỏ giọt amoni hydroxyt ( $d = 0,91$ ) đến khi có mùi (hoặc chuyển màu giấy chỉ thị congo hay giấy quỳ). Khi kết tủa đã lắng, thêm tiếp vài giọt thuốc thử để kiểm tra xem kết tủa đã hoàn toàn chưa. Nếu không xuất hiện kết tủa mới, để lắng kết tủa ở nhiệt độ không lớn hơn 60°C trong 1 giờ. Lọc kết tủa trên giấy lọc định lượng chảy vừa. Rửa kết tủa bằng nước nóng (60°C) đến hết ion sắt.

Hòa tan kết tủa trên giấy lọc bằng axit clohidric (1 : 1) nóng; pha loãng dung dịch bằng nước đến thể tích 200 — 400 ml. Thêm vào đó 5 ml axit tatric; 10 — 25 ml dung dịch dimetyl glyoxim; tiến hành kết tủa niken lần thứ hai. Để lắng kết tủa ở nhiệt độ không quá 60°C trong 1 giờ. Lọc kết tủa qua phễu lọc thủy tinh số 4 đã được sấy và cân trước. Rửa kết tủa bằng nước nóng (60°C) và sấy ở 120°C đến khối lượng không đổi, để nguội, cân.

### 2.3.2. Mẫu chứa coban

Lấy lượng cân và tiến hành hòa tan mẫu như phần 2.3.1. Thêm vào dung dịch nhận được 20 — 25 ml amoni clorua bão hòa; 20 — 40 ml axit tatric. Trung hòa dung dịch bằng amoni hydroxyt ( $d = 0,91$ ) đến pH 9 ÷ 10; cho dư 5 ml. Thêm vào đó 20 ml amoni pesunfat 20%, đun sôi dung dịch 10—12 phút. Để nguội; pha loãng dung dịch bằng nước đến 300 — 400 ml. Axit hóa dung dịch bằng axit clohidric (1 : 4) đến phản ứng axit (thử bằng metyla đỏ) rồi tiếp tục như đã trình bày ở phần 2.3.1.

### 2.3.3. Mẫu chứa vonfam

Lấy lượng cân và tiến hành hòa tan mẫu như phần 2.3.1. Oxy hóa dung dịch bằng axit nitric ( $d = 1,40$ ). Để lắng kết tủa và dung dịch trên bếp điện 5 phút. Pha loãng dung dịch bằng một ít nước; đun đến sôi; lọc. Rửa kết tủa 6 lần bằng

axit clohidric (1 : 1) nóng. Dung dịch thu được bốc hơi đến khô. Tầm ướt cạn khô bằng axit clohidric ( $d = 1,19$ ) rồi tiếp tục như đã trình bày ở phần 2.3.1.

#### 2.3.4. Mẫu chứa trên 0,5% đồng

Lấy lượng cân và tiến hành hòa tan mẫu như phần 2.3.1. Oxy hóa dung dịch bằng axit nitric ( $d = 1,40$ ). Thêm 30 ml axit sunfuric (1 : 1), đun đến khi xuất hiện khói của axit sunfuric. Để nguội, pha loãng dung dịch bằng nước đến 300 ml. Thông khí hydro sunfua để tách loại đồng. Lọc kết tủa đồng sunfua và rửa bằng nước lạnh. Đun sôi dung dịch đến khi không còn khí hydro sunfua. Thêm vào đó vài ml dung dịch amoni pesunfat, đun sôi để phân hủy lượng amoni pesunfat dư. Tiếp tục tiến hành như đã trình bày ở phần 2.3.1.

#### 2.4. Cách tính kết quả

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

$$Ni = \frac{G_1 \cdot 0,2032}{G} \cdot 100$$

trong đó:

$G_1$  — khối lượng kết tủa niken dimetylaglyoximat thu được, tính bằng g;

$G$  — lượng cân mẫu, tính bằng g;

0,2032 — hệ số chuyển từ niken dimetylaglyoximat sang niken.

### 3. PHƯƠNG PHÁP SO MÀU

#### 3.1. Nguyên tắc

Phương pháp dựa trên cơ sở đo cường độ màu của phức tạo bởi niken và dimetylaglyoxim trong môi trường amoni hydroxit.

#### 3.2. Thiết bị và hóa chất

Máy so màu và các phụ tùng kèm theo.

Axit clohidric ( $d = 1,19$ ), dung dịch (1 : 4);

Axit sunfuric ( $d = 1,84$ ), dung dịch (1 : 5);

Axit xitric, dung dịch 100 g/l;

Amoni hydroxyt, dung dịch 15%;

Kali bromua — bromat, dung dịch, cách chuẩn bị như sau: hòa tan 39 g kali bromua và 10 g kali bromat bằng nước trong bình định mức dung tích 1 lít. Thêm nước đến vạch, lắc kỹ;

Dimetylglaxim, dung dịch 1% trong etanola 96%.

Dung dịch niken tiêu chuẩn, chuẩn bị như sau: hòa tan 0,1 g niken kim loại trong axit sunfuric như đã trình bày ở phần 3.3. Chuyển sang bình định mức dung tích 1 lít, thêm nước đến vạch, lắc đều. 1 ml dung dịch chứa 0,0001 g niken.

### 3.3. Cách tiến hành

Hòa tan lượng cân mẫu (hàm lượng niken đến 0,1% — lượng cân mẫu là 0,5 g; hàm lượng niken trên 0,1% — lượng cân mẫu là 0,25 g) trong cốc dung tích 250 ml bằng 30 ml axit sunfuric (1 : 5); đun đến tan mẫu. Oxy hóa dung dịch bằng vài giọt axit nitric ( $d = 1,40$ ). Nếu mẫu chưa tan hết, cho tiếp hỗn hợp axit clohidric và axit nitric ( $d = 1,40$ ). Sau đó thêm 30 ml axit sunfuric (1 : 5); cô đến khi xuất hiện khói trắng. Trường hợp cần thiết, oxy hóa dung dịch bằng axit nitric. Để nguội, chuyển dung dịch sang bình định mức dung tích 250 ml, thêm nước tới vạch, lắc đều. Lọc dung dịch qua giấy lọc khô vào bình khô, bỏ phần dung dịch lọc đầu. Dùng pipet lấy ra 25 ml dung dịch lọc (tương ứng với 0,025 — 0,05 g mẫu) chuyển vào bình định mức dung tích 100 ml. Thêm vào đó 20 ml dung dịch axit xitric; 5 ml axit clohidric (1 : 5); 5 ml dung dịch kali bromua-bromat; 25 ml dung dịch amoni hydroxyt 15%, lắc đều. Làm nguội đến nhiệt độ phòng; thêm nước tới vạch, lắc đều. Dùng pipet khô lấy ra 50 ml dung dịch, chuyển vào bình khô; thêm 1 ml dung dịch dimetylglaxim. Sau 5 phút đo cường độ màu của dung dịch ở bước sóng 530 nm, trong cuvet có chiều dày thích hợp (không để dung dịch quá 25 phút). Lấy dung dịch khi chưa thêm thuốc thử làm dung dịch so sánh.

### 3.4. Xây dựng đường chuẩn

Cho vào bình định mức dung tích 250 ml lần lượt: 2; 4; 6; 8; 10 ml dung dịch niken tiêu chuẩn, thêm nước tới

vạch, lắc đều. Tiếp tục tiến hành như phần 3.3. (từ chỗ: lọc qua giấy lọc khô vào bình khô...). Từ hàm lượng niken và mật độ quang tương ứng vẽ đường chuẩn.

Hàm lượng niken chứa trong mẫu tìm theo đường chuẩn.

#### 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 2. Nếu lớn hơn phải xác định lại. Kết quả cuối cùng là trung bình cộng của ba kết quả xác định song song.

Bảng 2

| Hàm lượng niken, % | Chênh lệch cho phép, % (tuyệt đối) | Hàm lượng niken, % | Chênh lệch cho phép, % (tuyệt đối) |
|--------------------|------------------------------------|--------------------|------------------------------------|
| 0,01               | 0,001                              | Trên 1,0 đến 2,0   | 0,06                               |
| 0,05               | 0,005                              | » 2,0 » 4,0        | 0,08                               |
| 0,10               | 0,010                              | » 4,0 » 8,0        | 0,12                               |
| 0,20               | 0,020                              | » 8,0 » 15,0       | 0,16                               |
| Từ 0,2 đến 0,5     | 0,030                              | » 15,0 » 25,0      | 0,20                               |
| Trên 0,50 đến 1,0  | 0,050                              | Trên 25,0          | 0,25                               |

## 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   | bốc hơi.                   | bốc hơi).            |
| 47    | dòng 2       | dung dịch nhầy trong       | dung dịch chảy trong |