

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 4156 : 2009

ISO 4139 : 1979

Xuất bản lần 2

**FEROSILIC – XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG NHÔM –
PHƯƠNG PHÁP QUANG PHỔ HẤP THỤ
NGUYÊN TỬ NGỌN LỬA**

*Ferrosilicon – Determination of aluminium content –
Flame atomic absorption spectrometric method*

HÀ NỘI – 2009

Lời nói đầu

TCVN 4156 : 2009 thay thế TCVN 4156 : 1985.

TCVN 4156 : 2009 hoàn toàn tương với ISO 4139 : 1979.

TCVN 4156 : 2009 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC 132 *Fero* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Ferosilic – Xác định hàm lượng nhôm –

Phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa

*Ferrosilicon – Determination of aluminium content –
Flame atomic absorption spectrometric method*

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng nhôm của ferosilic bằng quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa.

Phương pháp áp dụng cho ferosilic có hàm lượng nhôm từ 0,05 % đến 5 % (theo khối lượng).

2 Nguyên lý

Hoà tan một phần mẫu thử trong axit nitric, axit flohydric và axit pecloric. Cho dung dịch bay hơi tới khi khói pecloric thoát ra.

Tách và nung chảy phần bã với hỗn hợp natri cacbonat và axit boric; hoà tan bã đã được nấu chảy trong dung dịch chính.

Hút dung dịch vào ngọn lửa axetylen đinitơ monoxit, và xác định trực tiếp nhôm bằng quang phổ hấp thụ của vạch phổ 309,3 nm được phát ra bởi đèn catốt rỗng dùng cho nhôm.

3 Thuốc thử

Trong quá trình phân tích, chỉ sử dụng các thuốc thử loại phân tích đã được công nhận và chỉ sử dụng nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương, nếu không có quy định khác.

3.1 Natri cacbonat, khan.

3.2 Axit nitric, $\rho = 1,40$ g/ml, dung dịch xấp xỉ 68 % (theo khối lượng).

TCVN 4156 : 2009

3.3 Axit flohydric, $\rho = 1,16$ g/ml, dung dịch xấp xỉ 48 % (theo khối lượng).

3.4 Axit pecloric, $\rho = 1,68$ g/ml, dung dịch xấp xỉ 70 % (theo khối lượng).

3.5 Axit clohydric, $\rho = 1,19$ g/ml, dung dịch xấp xỉ 38 % (theo khối lượng).

3.6 Axit clohydric, dung dịch được pha loãng 1 : 9.

Trộn 1 thể tích dung dịch axit clohydric (3.5) với 9 thể tích nước và khuấy trộn.

3.7 Axit boric, tinh thể.

3.8 Dung dịch sắt số 1, tương đương 10 g sắt trên lít.

Cân 10 g sắt rất tinh khiết, với độ chính xác đến 0,001 g, không chứa nhôm rồi cho vào một cốc có mỏ dung tích 600 ml và hoà tan trong 50 ml dung dịch axit clohydric (3.5). Đốt nóng từ từ tới khi đã thực hiện được sự hoà tan. Chuyển lượng chất chứa trong cốc có mỏ vào một bình định mức 1000 ml. Pha loãng tới vạch định mức bằng nước và trộn đều.

3.9 Dung dịch sắt số 2, tương đương 10 g sắt trên lít.

Cân 5 g sắt rất tinh khiết, với độ chính xác đến 0,001 g, không chứa nhôm rồi cho vào một cốc có mỏ dung tích 600 ml và hoà tan trong 25 ml dung dịch axit clohydric (3.5). Đun nóng từ từ tới khi hoà tan hoàn toàn. Thêm 25 ml dung dịch axit peclorit (3.4). Đun nóng tới khi khói trắng pecloric toả ra. Làm nguội và thêm 50 ml dung dịch HCl (3.5), chờ đến khi dung dịch trong suốt rồi thêm 50 ml nước. Nhấn chìm vào dung dịch này chén platin trong đó đã có hỗn hợp nóng chảy 5g natricacbonat (3.1) 2,5 g axit boric (3.7) đã nung trong lò múp ở 1000 °C. Đun nóng từ từ tới khi hoà tan hoàn toàn chất đóng cặn của chén nung. Lấy chén nung ra khỏi cốc có mỏ và rửa chén một cách cẩn thận trong cốc có mỏ. Làm nguội. Chuyển lượng chất chứa trong cốc có mỏ vào một bình định mức 500 ml. Pha loãng tới vạch định mức bằng nước và trộn đều.

3.10 Dung dịch dùng trong hiệu chuẩn để phục hồi các điều kiện cho phân tích.

Cho 30 ml dung dịch axit clohydric (3.5), 15 ml axit pecloric (3.4) và 50 ml nước vào một cốc có mỏ dung tích 250 ml. Nhấn chìm vào dung dịch này chén platin trong đó đã có hỗn hợp nóng chảy 5 g natricacbonat (3.1) 2,5 g axit boric (3.7) đã nung trong lò múp ở 1000 °C. Đun nóng từ từ tới khi hoà tan hoàn toàn bã. Lấy chén nung ra khỏi cốc có mỏ và rửa chén một cách cẩn thận trong cốc có mỏ. Làm nguội. Chuyển lượng chất chứa trong cốc có mỏ vào một bình đo thể tích 200 ml. Pha loãng tới vạch định mức bằng nước và trộn đều.

3.11 Nhôm, dung dịch tiêu chuẩn tương đương với 1 g nhôm trên lít.

Cân 1 g nhôm có độ tinh khiết 99,99 %, với độ chính xác đến 0,001 g, rồi cho vào một cốc có mỏ dung tích 600 ml và hoà tan trong 30 ml dung dịch axit clohydric (3.5). Chuyển lượng dung dịch này vào một bình định mức 1000 ml. Pha loãng tới vạch định mức bằng nước và trộn đều.

4 Thiết bị, dụng cụ

Thiết bị, dụng cụ thông thường trong phòng thí nghiệm:

- 4.1 Chén nung bằng platin có dung tích xấp xỉ 40 ml.
- 4.2 Cốc có mỏ bằng polytetrafluoroetylen (PTFE) hoặc các đĩa bằng platin có dung tích thích hợp.
- 4.3 Máy quang phổ hấp thụ nguyên tử được trang bị mỏ đốt sử dụng đinitơ monoxit và axetylen.
- 4.4 Đèn catốt rỗng dùng cho nhôm

5 Mẫu thử

Lấy mẫu và chuẩn bị các mẫu thử hợp kim fero được quy định trong ISO 3713.

6 Cách tiến hành

CẢNH BÁO: Khói axit pecloric có thể gây nổ với sự hiện diện của amoniac hoặc các chất hữu cơ thông thường.

6.1 Phần mẫu thử

Lấy một phần mẫu thử $1,00 \text{ g} \pm 0,001 \text{ g}$.

6.2 Thử mẫu trắng

Thực hiện một phép thử mẫu trắng song song với việc xác định, theo cùng một quy trình và sử dụng cùng lượng thuốc thử như nhau, nhưng trong mọi trường hợp, đều sử dụng 50 ml dung dịch sắt số 1 (3.8).

6.3 Xác định

6.3.1 Chuẩn bị dung dịch thử

Cho phần mẫu thử (6.1) vào một cốc có mỏ bằng PTFE có dung tích 150 ml hoặc một đĩa bằng platin (4.2) có dung tích xấp xỉ 100 ml và thêm 10 ml dung dịch axit nitric (3.2).

Sau đó thêm một cách cẩn thận và dần dần 10 ml dung dịch axit flohydric (3.3), lắc đều sau mỗi lần thêm để phản ứng diễn ra một cách tuần tự.

Để cho phản ứng tiếp tục ở nhiệt độ phòng tới khi sự sủi bọt dừng lại. Nếu hàm lượng silic của mẫu thử bằng hoặc lớn hơn 65 % thì cần thêm vào dung dịch này 30 ml dung dịch sắt số 1 (3.8).

Trong mọi trường hợp cần thêm 5 ml dung dịch axit pecloric (3.4). Đặt cốc có mỏ lên trên một bếp gia nhiệt ở nhiệt độ không vượt quá 350 °C, và đun nóng tới khi bốc lên rất nhiều khói trắng pecloric.

Làm nguội.

TCVN 4156 : 2009

Thêm vào cốc có mỏ 30 ml dung dịch axit clohydric (3.6) và đun nóng tới khi tất cả các muối dễ tan được hoà tan. Lọc bã bằng vải lọc mịn và thu gom chất lọc trong một cốc có mỏ dung tích 250 ml.

Rửa bã và vải lọc với khoảng 100 ml nước ấm để tẩy sạch vết axit pecloric cuối cùng.

Đặt vải lọc trong một chén nung bằng platin (4.1).

Đốt trong lò múp, trước tiên ở nhiệt độ thấp, sau đó nung ở 1000 °C trong thời gian 15 min.

Làm nguội trong một tủ sấy.

Thêm vào chén nung 1 g natri cacbonat (3.1) và 0,500 g axit boric (3.7). Đốt nóng trên một bếp gia nhiệt ở 250 °C trong thời gian 15 min. Đặt chén nung trong lò múp ở 1000 °C và giữ trong thời gian 15 min.

Làm nguội chén, sau đó đặt chén trong cốc có mỏ có chứa chất lọc từ bã của sự hoà tan axit. Thêm 15 ml dung dịch axit clohydric (3.5) và đun nóng từ từ tới khi bã của mẻ nấu hoà tan hoàn toàn. Lấy chén nung ra khỏi cốc có mỏ, rửa chén một cách cẩn thận trong cốc có mỏ và cô đặc dung dịch bằng sự đun nóng vừa phải tới khi đạt được thể tích khoảng 60 ml.

Làm nguội.

Chuyển lượng chất chứa trong cốc có mỏ vào một bình định mức 100 ml. Pha loãng tới vạch định mức bằng nước và trộn đều.

Sự chuẩn bị dung dịch A đã được hoàn thành.

6.3.1.1 Hàm lượng nhôm đến 0,50 % (theo khối lượng).

Thực hiện phép đo quy định trong 6.3.2 cùng với việc sử dụng dung dịch A.

6.3.1.2 Hàm lượng nhôm trên 0,50 % đến 1,25 % (theo khối lượng).

Lấy 20 ml dung dịch A và cho vào một bình định mức 50 ml. Thêm từ một buret 24 ml dung dịch sắt số 2 (3.9).

Pha loãng tới vạch định mức bằng nước và trộn đều. Sự chuẩn bị dung dịch B đã được hoàn thành.

Thực hiện phép đo quy định trong 6.3.2 cùng với việc sử dụng dung dịch B.

6.3.1.3 Hàm lượng nhôm trên 1,25 % đến 5 % (theo khối lượng).

Lấy 5 ml dung dịch A và cho vào một bình định mức 50 ml. Thêm từ một buret 36 ml dung dịch sắt số 2 (3.9).

Pha loãng tới vạch định mức bằng nước và trộn đều. Sự chuẩn bị dung dịch C đã được hoàn thành.

Thực hiện phép đo quy định trong 6.3.2 cùng với việc sử dụng dung dịch C.

CHÚ THÍCH: Tùy thuộc vào độ nhạy của thiết bị được sử dụng, có thể điều chỉnh các cách pha loãng lớn hơn cho phù hợp.

6.3.2 Đo phổ

Bật quang phổ kế hấp thụ nguyên tử ngọn lửa (4.3) và đèn catốt rỗng dùng cho nhôm (4.4), vận hành trong thời gian đủ để bảo đảm tính ổn định của chúng.

Điều chỉnh bước sóng tới 309,3 nm. Điều chỉnh áp suất của đinitơ monoxit và axetylen theo đặc tính của mô đốt. Thu tín hiệu tối ưu khi sử dụng dung dịch nhôm có nồng độ biết trước, tín hiệu này có thể thay đổi theo thiết bị để đạt được độ nhạy và độ ổn định lớn nhất.

Đo độ hấp thụ của dung dịch thử (6.3.1.1 hoặc 6.3.1.2 hoặc 6.3.1.3) sau khi đã điều chỉnh số đọc 0 của dụng cụ theo dung dịch cho phép thử mẫu trắng đối với các thuốc thử cho đường chuẩn (6.4).

Chuẩn bị đường chuẩn (xem 6.4) cho mỗi loạt các phép đo.

CHÚ THÍCH: Nhôm được ion hoá một phần trong ngọn lửa đinitơ monoxit axetylen. Sắt tác động như một chất đệm ion hoá và nâng cao tín hiệu từ nhôm. Các thử nghiệm đã chỉ ra rằng trong cùng một điều kiện sử dụng, độ nâng cao là không đổi đối với phạm vi từ 3 g đến 10 g sắt trên lít.

6.4 Lập đường chuẩn

Cho vào mỗi một trong số 8 bình định mức 100 ml:

- 50 ml dung dịch sắt số 2 (3.9) và
- 20 ml dung dịch để phục hồi các điều kiện làm việc cho phân tích (3.10).

Sau đó thêm một cách tương ứng các thể tích của dung dịch nhôm tiêu chuẩn (3.11) được cho trong Bảng 1.

Pha loãng tới vạch định mức bằng nước và trộn đều.

Thực hiện các phép đo độ hấp thụ trên mỗi dung dịch chuẩn trong các điều kiện quy định trong 6.3.2.

Vẽ đường chuẩn với trục hoành là phần trăm theo khối lượng của nhôm trong ferrosilic và trục tung là các giá trị tương ứng của độ hấp thụ.

Bảng 1 – Các thể tích của dung dịch nhôm tiêu chuẩn và tỷ lệ phần trăm tương ứng theo khối lượng của nhôm trong phần mẫu thử

Dung dịch nhôm tiêu chuẩn (3.11) ml	Khối lượng tương ứng của nhôm mg	Tỷ lệ phần trăm tương ứng theo khối lượng của nhôm trong phần mẫu thử		
		Dung dịch A 1 g/100 ml	Dung dịch B 1 g/250 ml	Dung dịch C 1 g/1000 ml
0*	0	0	0	0
0,50	0,5	0,05	0,125	0,50
1,00	1,0	0,10	0,25	1,00
2,00	2,0	0,20	0,50	2,00
2,50	2,5	0,25	0,625	2,50
3,00	3,0	0,30	0,75	3,00
4,00	4,0	0,40	1,00	4,00
5,00	5,0	0,50	1,25	5,00

* Phép thử mẫu trắng đối với các thuốc thử cho đường chuẩn.

7 Tính kết quả

Sử dụng đường chuẩn để tính toán tỷ lệ phần trăm theo khối lượng của nhôm trong ferosilic tương ứng với độ hấp thụ đo được.

8 Báo cáo thử

Báo cáo thử phải bao gồm các thông tin sau:

- Nhận dạng mẫu thử;
- Tham chiếu phương pháp được sử dụng;
- Kết quả và phương pháp biểu thị kết quả được sử dụng;
- Bất cứ các đặc tính không bình thường nào được ghi lại trong quá trình xác định;
- Bất cứ thao tác nào không được quy định trong tiêu chuẩn này hoặc được lựa chọn.