

| | | |
|---|---|----------------------------|
| FERO SILIC | | TCVN |
| Phương pháp xác định titan | | 4158 - 85 |
| Ферросилиций Метод определения Титана | Ferrosilicon Methods for the deter- mination of titanium. | Có hiệu lực từ 1-7-1987 |

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp so màu xác định titan trong ferrosilic (khi hàm lượng titan từ 0,01 đến 0,20%).

1. YÊU CẦU CHUNG

Khi xác định titan trong ferrosilic phải theo các yêu cầu chung trong TCVN 4149 - 85

2. BẢN CHẤT PHƯƠNG PHÁP

Phương pháp dựa vào sự tạo thành phức chất màu vàng khi titan (IV) tác dụng với diantipirilmetan. Loại ảnh hưởng của sắt bằng axit ascorbic.

Đo mật độ quang của dung dịch bằng phổ quang kế ở bước sóng 400 nm hay máy so màu quang điện với kính lọc xanh.

3. THIẾT BỊ, HÓA CHẤT VÀ DUNG DỊCH

Phổ quang kế hay máy so màu quang điện.

Axit sunfuric d 1,84, dung dịch 1 + 1, 1 + 9.

Axit flohidric, dung dịch 40%.

Axit nitric d 1,40.

Axit clohidric d 1,19, dung dịch 1 + 1.

Axit ascorbic, dung dịch 2% pha trước khi dùng.

Amoniac, dung dịch 22%.

Diantipirilmetan, dung dịch 1% pha trước khi dùng:

Hòa tan 10g thuốc thử bằng 150cm³ axitclohidric trong bình định mức dung tích 1dm³, pha loãng đến vạch bằng nước. Thêm vào bình 1% axit ascorbic để khử vết của sắt.

Sắt kim loại, dung dịch 2% : cho 10 g sắt không lẫn titan vào bình nón dung tích 500 cm³, rót 200 cm³ axit clohidric, đun nóng cho tan. Trong khi hòa tan, cẩn thận cho từng giọt axit nitric đến oxy hóa hoàn toàn sắt. Làm nguội, Lọc dung dịch vào bình định mức dung tích 500 cm³, thêm nước đến vạch, lắc đều.

Titan dioxit.

Dung dịch tiêu chuẩn titan sunfat, dung dịch A : nung chảy 0,8338 g titan dioxit với 8—10 g kali pirosunfat trong bát bạch kim hay bát thạch anh ở 800 — 850°C. Hòa tan khối chảy trong 400 cm³ dung dịch axit sunfuric 1 + 40 nguội, để 12 giờ ở nhiệt độ phòng.

Lọc dung dịch qua giấy lọc chảy nhanh vào bình định mức dung tích 1 dm³. Rửa giấy lọc 3—4 lần bằng dung dịch axit sunfuric 1 + 4, thêm nước đến vạch, lắc đều.

Nhắc định nồng độ dung dịch như sau :

Lấy 20 cm³ dung dịch A vào cốc dung tích 250 — 300 cm³, vừa khuấy vừa cho amoniac đến pH 8 — 9 theo chỉ thị vạn năng rồi cho dư 3 — 5 cm³ mẫu. Đun đến sôi, để lắng kết tủa rồi lọc qua giấy lọc chảy nhanh, rửa 3 — 4 lần bằng nước ấm có chứa vài giọt amoniac. Chuyển giấy lọc cùng kết tủa vào chén bạch kim, sấy khô, hóa tro và nung ở 1000 — 1100°C đến khối lượng không đổi. Để nguội chén trong bình hút ẩm, cân. Tiến hành đồng thời với thí nghiệm kiểm tra. Nồng độ khối dung dịch A (C) xác định theo titan tính bằng g/cm³ theo công thức :

$$C = \frac{(m - m_1) \cdot 0,5996}{V}$$

trong đó

m — khối lượng kết tủa titan dioxit, g ;

m₁ — khối lượng kết tủa thí nghiệm kiểm tra, g ;

0,5996 — hệ số chuyển titan dioxit ra titan ;

V — thể tích phần dung dịch đem xác định, cm³.

Nồng độ khối titan trong dung dịch A khoảng 0,0005 g/cm³.

Dung dịch B : lấy 50 cm³ dung dịch A vào bình định mức dung tích 250 cm³, pha loãng đến vạch bằng dung dịch axit sunfuric 1 + 9, lắc đều. Nồng độ khối titan trong dung dịch B khoảng 0,0001 g/cm³

4. TIẾN HÀNH PHÂN TÍCH

4.1. Cân 0,5 g ferosilic vào bát bạch kim, cân thận rót 10 cm³ axit flohidric, sau đó cho từng giọt axit nitric đến ngừng tan mẫu và dư ra 5 cm³.

Đặt bát lên bếp điện, đun nóng hòa tan mẫu, Thêm 10 cm³ dung dịch axit sunfuric 1 + 4 rồi bốc hơi đến khi khói trắng bốc ra dày đặc.

Để nguội, rửa thành bát bằng nước, lại bốc hơi như trên một lần nữa. Để nguội, thêm 30 cm³ nước, đun nóng đến tan muối.

Sau khi để nguội, chuyển dung dịch vào bình định mức dung tích 50 cm³ (khi hàm lượng titan đến 0,1%) hay 100 cm³ (khi hàm lượng titan trên 0,1%), thêm nước đến vạch, lắc đều. Nếu dung dịch bị đục phải lọc qua giấy lọc.

Lấy vào 2 bình định mức dung tích 100 cm³ mỗi bình 20 cm³ dung dịch mẫu phân tích, 10 cm³ dung dịch axit ascobic và để yên 5 phút cho sắt được khử hoàn toàn. Sau đó rót vào 10 cm³ dung dịch axit clohidric 1 + 1 và 1 trong 2 bình 25 cm³ dung dịch diantipirilmetan. Chú ý cho thuốc thử theo đúng trình tự trên.

Pha loãng dung dịch đến vạch bằng nước, lắc đều. Sau 1 giờ đo mật độ quang bằng phổ quang kế ở bước sóng 400 nm hay máy so màu quang điện với kính lọc xanh. Để tăng nhanh tốc độ phân tích, sau khi cho diantipirilmetan đun nóng dung dịch trong vòng 10 phút, để nguội rồi pha loãng đến vạch bằng nước. Đo ngay mật độ quang.

Dùng dung dịch trong bình không chứa diantipiril metan làm dung dịch so sánh.

Hàm lượng titan xác định theo đồ thị chuẩn hay bằng phương pháp so sánh với mẫu chuẩn có thành phần gần với mẫu phân tích và tiến hành qua tất cả các giai đoạn phân tích.

4.2. Dụng đồ thị chuẩn

Lấy vào 8 bình định mức dung tích 100 cm³, mỗi bình 40 cm³ dung dịch axit sunfuric 1 + 1, 1,5 cm³ dung dịch sắt. Cho vào 7 trong 8 bình: 0,5; 1,5; 3,0; 4,5; 6,0; 8,0 và 10 cm³ dung dịch tiêu chuẩn B tương ứng với 0,000325; 0,00075; 0,00150; 0,00225; 0,0030; 0,0040; 0,0050 g titan. Thêm nước đến vạch. Lắc đều.

Lấy 20 cm³ dung dịch tiêu chuẩn đã pha loãng ở các bình trên vào 8 bình định mức khác dung tích 100 cm³, rót vào mỗi bình 10 cm³ dung dịch axit ascorbic, để yên 5 phút cho sắt được khử hoàn toàn. Sau đó cho vào 10 cm³ dung dịch axit clohidric 1 + 4, 25 cm³ dung dịch dianti-pirilmetan. Pha loãng đến vạch bằng nước, lắc đều.

Sau 1 giờ đo mật độ quang của dung dịch như trong điều 4.1. Dùng dung dịch lấy từ bình thứ 8 làm dung dịch so sánh.

5. TÍNH KẾT QUẢ

5.1. Hàm lượng titan (Ti) tính bằng phần trăm, xác định bằng phương pháp đồ thị, theo công thức:

$$Ti = \frac{m \cdot 100}{m_1}$$

trong đó:

m - hàm lượng titan xác định theo đồ thị chuẩn, g;

m₁ - lượng cân mẫu có trong phần dung dịch đem xác định: g.

5.2. Hàm lượng titan (Ti) tính bằng phần trăm, xác định bằng phương pháp so sánh, theo công thức:

$$Ti = \frac{C(D - D_2)}{D_1 - D_2}$$

trong đó:

C - hàm lượng titan trong mẫu chuẩn, %;

D - mật độ quang dung dịch mẫu phân tích;

D₁ - mật độ quang dung dịch mẫu chuẩn;

D₂ - mật độ quang dung dịch thí nghiệm kiểm tra.

5.3. Bảng sai lệch giới hạn

%

| Hàm lượng titan | | Sai lệch tuyệt đối giới hạn |
|-----------------|---------------|-----------------------------|
| Từ | 0,01 đến 0,03 | 0,008 |
| Trên | 0,03 » 0,05 | 0,01 |
| » | 0,05 » 0,10 | 0,015 |
| » | 0,10 » 0,20 | 0,020 |