

<b>FEROTITAN</b>		<b>TCVN</b> <b>3865 -- 83</b>
<b>Phương pháp xác định hàm lượng photpho</b>		
ферротитан Метод определения содержания фосфора	Ferrotitanium Method for the deter- mination of photpho- rus content	<b>Có hiệu lực</b> <b>từ 1-1-1985</b>

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp so màu để xác định hàm lượng photpho trong ferotitan từ 0,05 đến 0,15 %.

Khi tiến hành phân tích nhất thiết phải tuân theo những yêu cầu chung trong TCVN 3860 - 83

## 1. NGUYÊN TẮC

Phương pháp dựa vào sự tạo thành axit di đa photpho molipdic màu vàng và khử nó trong môi trường axit clohydric bằng thiourê đến phức chất màu xanh lam. Đo mật độ quang bằng máy so màu quang điện với kính lọc sáng màu đỏ ở vùng truyền sóng 620 -- 700 nm hoặc bằng phổ quang kế ở bước sóng 810 nm.

Các nguyên tố cần được tách trong quá trình nung mẫu.

## 2. THIẾT BỊ, HÓA CHẤT VÀ DUNG DỊCH

Máy so màu quang điện hoặc phổ quang kế cùng với các phụ kiện kèm theo.

Axit nitric d 1,40 và dung dịch (1 + 1).

Axit clohydric d 1,19 và dung dịch d 1.105: pha loãng 560 ml axit clohydric bằng nước đến 1 lít.

Amoniac d 0,91 và dung dịch (1 + 1).

Rượu etylic 96%.

Hydroxilamin clorua, dung dịch 20%.

Natri peoxit.

Amoni molipdat, dung dịch 5%: Trường hợp phải kết tinh lại dung dịch được chuẩn bị như sau: đun 250 g amoni molipdat trong 400 ml nước ở 70 — 80<sup>o</sup> C. đến tan, lọc dung dịch qua 2 lớp giấy lọc dày, để nguội đến nhiệt độ phòng. Vừa khuấy vừa thêm 300 ml rượu etylic, để yên 1 giờ rồi lọc chân không bằng giấy lọc trung bình.

Rửa kết tủa 2 — 3 lần bằng rượu etylic rồi sấy khô ngoài không khí.

Sắt nitrat, dung dịch 18% chuẩn bị như sau: đun 90 g sắt nitrat trong 400 ml nước đến tan, thêm 5 ml axit nitric, để nguội, chuyển vào bình định mức dung tích 500 ml, thêm nước đến vạch, lắc đều. 1 ml dung dịch tương ứng với 0,025 g sắt.

Sắt (III) amoni sunfat, dung dịch 10% trong dung dịch axit sunfuric 1 + 19.

Đồng sunfat dung dịch chuẩn bị như sau: hòa tan 4,5 g đồng sunfat trong 500 ml nước nóng trong bình cầu dung tích 3 lít.

Thiourê, dung dịch chuẩn bị như sau: hòa tan 168 g thiourê trong 2 lít nước nóng trong bình cầu dung tích 3 lít.

Hỗn hợp khử: rót dung dịch thiourê thành dòng nhỏ vào dung dịch đồng sunfat, khuấy đều. Để hỗn hợp 2 ngày. Lọc kết tủa bằng 2 lớp giấy lọc. Sử dụng dung dịch trong suốt để xác định photpho.

Kali dihydrophotphat.

Dung dịch photpho tiêu chuẩn.

Dung dịch A chuẩn bị như sau: hòa tan 0,4393 g kali dihydrophotphat trong 100 ml nước, chuyển vào bình định mức dung tích 1 lít, thêm nước đến vạch, lắc đều. 1 ml dung dịch A chứa 0,0001g photpho.

Dung dịch B chuẩn bị như sau: lấy 10 ml dung dịch A vào bình định mức dung tích 100 ml, thêm nước đến vạch, lắc đều. 1 ml dung dịch B chứa 0,00001 g photpho. Dung dịch này dùng trong ngày.

### 3. CÁCH TIẾN HÀNH

3.1. Cân 0,5 g mẫu, cho vào chén sắt hoặc chén niken đã có sẵn 5 — 6g natri peoxit, trộn đều, phủ lên 1 lớp 1 — 2 g natri

peoxit nữa. Đậy nắp chén, nung chảy hỗn hợp ở  $400 - 500^{\circ}\text{C}$ , sau đó ở  $800 \pm 25^{\circ}\text{C}$  trong vòng 3 - 5 phút.

Đề nguội, đặt vào cốc dung tích  $400\text{ ml}$ , rót vào  $100 - 150\text{ ml}$  nước nóng,  $3 - 4\text{ ml}$  rượu và đun đến tan khối chảy. Đun sôi dung dịch 4 - 5 phút đến phân hủy peoxit, đề nguội, chuyển vào bình định mức dung tích  $250\text{ ml}$ , thêm nước đến vạch, lắc đều.

Lọc dung dịch bằng 2 lớp giấy lọc trung bình khô vào bình khô, phần dung dịch đầu dùng để tráng bình và đổ đi.

Sử dụng dung dịch thu được để xác định photpho theo 1 trong 2 cách ghi ở mục 3.1.1 hoặc 3.1.2.

3.1.1. Khi khử axit dị đa photpho molipdat bằng ion sắt (II) với sự có mặt của hydroxilamin clorua, lấy vào 2 bình nón dung tích  $100\text{ ml}$  mỗi bình 25 hoặc  $50\text{ ml}$  dung dịch, thêm  $2\text{ ml}$  dung dịch sắt nitrit hoặc  $10\text{ ml}$  dung dịch sắt III amoni sunfat, hòa tan kết tủa bằng từng giọt dung dịch axit clohydric, thêm  $10\text{ ml}$  dung dịch hydroxilamin clorua rồi đun đến sôi. Dung dịch lúc này phải mất màu.

Nếu dung dịch có màu vàng nhạt, cần thêm 1 - 2 giọt amoniac xuất hiện vẫn tủa, thì hòa tan bằng 1 - 2 giọt dung dịch axit clohydric. Đề nguội, thêm  $10\text{ ml}$  dung dịch axit clohydric. Sau đó vừa lắc vừa cho vào một bình nón từng giọt  $8\text{ ml}$  dung dịch amoni molipdat. Lắc dung dịch 1 - 2 phút đến xuất hiện màu xanh nhạt, giữ 3 phút, chuyển vào bình định mức dung tích  $100\text{ ml}$ , thêm nước đến vạch, lắc đều.

Sau 10 phút, đo mật độ quang bằng máy so màu quang điện hoặc phổ quang kế, dùng dung dịch thứ hai không có amoni molipdat làm dung dịch so sánh.

3.1.2. Khi khử axit dị đa photphomolipdic bằng hỗn hợp khử lấy vào hai bình nón dung tích  $100\text{ ml}$  mỗi bình 25 hoặc  $50\text{ ml}$  dung dịch, thêm  $2\text{ ml}$  dung dịch sắt nitrat hoặc  $10\text{ ml}$  dung dịch sắt (III) amoni sunfat, hòa tan kết tủa bằng từng giọt dung dịch axit clohydric.

Sau khi cho axit dung dịch trở nên trong suốt, nhưng vẫn giữ màu nâu và sau 10 - 15 phút mới sáng hơn. Sau đó cho dư  $10\text{ ml}$  dung dịch axit clohydric nữa, thêm  $10\text{ ml}$  hỗn hợp khử, để đến lúc dung dịch mất màu hoàn toàn. Vừa lắc vừa cho vào một bình nón từng giọt  $5\text{ ml}$  dung dịch amoni molipdat. Lắc dung

dịch 1 — 2 phút đến xuất hiện màu xanh nhạt. giữ 3 phút, chuyển vào bình định mức dung tích 100 ml, thêm nước đến vạch, lắc đều. Sau 10 phút, đo mật độ quang bằng máy so màu hoặc phổ quang kế, dùng dung dịch thứ 2 không có amoni molipdat làm dung dịch so sánh. ,

Hàm lượng photpho tính theo đường chuẩn.

### 3.2. Xây dựng đường chuẩn. :

Lấy vào các bình định mức dung tích 100 ml lần lượt: 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0 ml dung dịch tiêu chuẩn B. Bình thứ 8 dùng làm bình kiểm tra hàm lượng photpho trong các hóa chất.

Rót vào mỗi bình 2 ml dung dịch sắt nitrat hoặc 10 ml sắt (III) amoni sunfat, 20 ml nước rồi tiếp tục thao tác như đã miêu tả trong các mục 3.1.1 và 3.1.2.

Đo mật độ quang bằng máy so màu hoặc phổ quang kế, dùng dung dịch trong bình thứ 8 làm dung dịch so sánh.

Từ mật độ quang và lượng photpho vẽ đường chuẩn.

## 4. TÍNH KẾT QUẢ

4.1. Hàm lượng photpho (X) tính bằng phần trăm theo công thức:

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

trong đó :

$m_1$  — khối lượng photpho tìm được theo đường chuẩn, g;

$m$  — khối lượng mẫu tương ứng với phần dung dịch lấy ra, g.

### 4.2. Bảng sai lệch cho phép

Hàm lượng photpho, %	Sai lệch cho phép, % (tuyệt đối)
Từ 0,02 đến 0,05	0,005
Trên 0,05 " 0,07	0,008
" 0,07 " 0,15	0,01