

FEROCROM		TCVN 3859 - 83
Phương pháp xác định hàm lượng mangan		
Феррохром метод определения содержания марганца	Ferrochrome Method for the deter- mination of manganese	Có hiệu lực từ 1-1-1985

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp so màu để xác định mangan trong ferocrom với hàm lượng đến 0,1%.

Khi tiến hành phân tích, nhất thiết phải tuân theo những yêu cầu chung trong TCVN 3853 - 83.

1. NGUYÊN TẮC

Phương pháp dựa vào quá trình oxy hóa mangan (II) đến mangan (VII) bằng dung dịch amoni pesunfat với chất xúc tác bạc nitrat. Crom và sắt được tách khỏi mangan bằng kẽm axit.

2. THIẾT BỊ, HÓA CHẤT VÀ DUNG DỊCH

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

Amoni pesunfat, dung dịch 15%.

Amoniac d 0,91.

Axit sunfuric d 1,84, và dung dịch (2+1); (1+1); (1+2).

Axit nitric d 1,40.

Kẽm oxit, dạng huyền phù 15%.

Bạc nitrat, dung dịch 0,25%.

Hỗn hợp axit: khuấy đều 90 ml axit sunfuric, 260 ml axit nitric, 100 ml axit photphoric và 550 ml nước cất trong cốc dung tích 1 l.

3. CÁCH TIẾN HÀNH

Căn cứ vào hàm lượng mangan có trong mẫu để lấy lượng cân theo bảng 1.

Bảng 1

Hàm lượng mangan, %		Khối lượng mẫu, g
Đến	0,02	1,0
Trên	0,02 đến 0,03	0,5
»	0,03 » 0,05	0,3
»	0,05 » 0,10	0,2

Cho 0,2 - 1,0 g mẫu vào ống dung tích 300 ml, thêm 10 ml axit sunfuric, 20 ml nước, đun nóng cho tan mẫu. Sau khi mẫu tan, thêm 5 ml axit nitric rồi đun để đuổi hết nitơ oxit.

Khi xác định mangan trong ferocrom cacbon cao thì phải nung mẫu với natri peoxit: trộn 3-5 g natri peoxit với mẫu trong chén sắt rồi phủ lên trên 1 g nữa. Cho vào lò và nung chảy đầu tiên ở nhiệt độ thấp sau đó ở 800-850°C khoảng 4-5 phút. Để nguội chén, chuyển vào cốc dung tích 400 ml, thêm 150 ml nước và đập ngay cốc bằng mặt kính đồng hồ. Sau khi khối chảy tan hết, lấy chén ra và rửa bằng nước nóng. Đun dung dịch cùng với kết tủa đến sôi và sôi 5-6 phút để phân hủy hết hidro peoxit. Làm nguội, thêm 30 ml dung dịch axit sunfuric (2+1) rồi đun đến tan kết tủa. Chuyển dung dịch thu được vào bình định mức dung tích 250 ml, thêm amoniac đến xuất hiện kết tủa hidroxit, hòa tan kết tủa đó bằng từng giọt dung dịch axit sunfuric (1+1). Vừa lắc vừa cho thêm từng lượng nhỏ kẽm oxit dạng huyền phù đến khi kết tủa hoàn toàn hidroxit và dưới đáy bình xuất hiện 1 vòng tròn nhỏ trắng do kẽm oxit dư tạo thành. Làm nguội dung dịch đến nhiệt độ phòng, định mức bằng nước, lắc kỹ rồi để lắng.

Lọc dung dịch qua giấy lọc khô, phễu khô vào bình nón khô. Phần đầu dùng để tráng bình và bỏ đi.

Lấy 100 ml dung dịch trên vào cốc dung tích 250 ml, thêm 30 ml hỗn hợp axit rồi đun hơi đến còn 50 ml. Cho vào dung

dịch nóng đó 10 ml dung dịch bạc nitrat, 10 ml dung dịch amoni pesunfat rồi đun đến sôi và sôi 1 phút. Sau khi dung dịch nguội, chuyển vào bình định mức dung tích 100 ml, định mức bằng nước, lắc kỹ. Sau 10 - 15 phút, đo mật độ quang của dung dịch trên máy so màu quang điện với kính lọc màu xanh lá cây có vùng truyền sóng 520 - 540 nm hoặc trên phổ quang kế ở bước sóng 530 nm với cuvet có chiều dày thích hợp. Dùng nước cất làm dung dịch so sánh.

Lấy mẫu tiêu chuẩn ferocrom có hàm lượng mangan gần với mẫu phân tích và tiến hành qua tất cả các giai đoạn như đối với mẫu phân tích để làm dung dịch tiêu chuẩn. Từ mật độ quang của dung dịch phân tích và dung dịch tiêu chuẩn tìm hàm lượng mangan theo phương pháp so sánh.

4. TÍNH KẾT QUẢ

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

$$X = \frac{D \cdot m_1 \cdot 100}{D_1 \cdot m}$$

trong đó :

D - mật độ quang của dung dịch phân tích ;

D_1 - mật độ quang của dung dịch tiêu chuẩn ;

m_1 - lượng mangan trong dung dịch tiêu chuẩn, g ;

m - khối lượng mẫu, g.

4.2. Bảng sai lệch cho phép

Bảng 2

Hàm lượng mangan, %	Sai lệch cho phép, % (tuyệt đối)
Đến 0,05	0,006
Trên 0,05 đến 0,10	0,010