

FEROTITAN		TCVN
Phương pháp xác định hàm lượng titan		3861 - 83
Ферротитан метод определения содержания титана	Ferrotitanium Method for the deter- mination of titanium content	Có hiệu lực từ 1-1-1985

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp thể tích để xác định hàm lượng titan trong ferrotitan từ 20 đến 70%.

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 khử Ti (IV) đến Ti (III) bằng nhôm kim loại trong môi trường axit. Chuẩn độ Ti (III) bằng dung dịch sắt (III) amoni sunfat hoặc sắt (III) clorua, dùng amoni thioxianat làm chất chỉ thị. Tổng hàm lượng vanadi và molipden trên 0,2% ảnh hưởng đến kết quả xác định titan. Để loại trừ ảnh hưởng đó tách chúng bằng natri hydroxit.

2. HÓA CHẤT VÀ DUNG DỊCH

Axit nitric d 1,40.

Axit sunfuric d 1,84, dung dịch (1 + 1), (1 + 19) và (1 + 4).

Axit clohydric d 1,19, dung dịch (1 + 1), (1 + 19) và 1%.

Axit flohydric, dung dịch 40%

Kali pirosunfat.

Nhôm kim loại dạng phoi.

Amoni thioxinat, dung dịch 10%.

Kali pemanganat, dung dịch 2%.

Natri hydroxit, dung dịch 25% và 3%.

Amoniac d 0,91 và dung dịch 1%.

Titan dioxit.

Dung dịch titan tiêu chuẩn chuẩn bị như sau: cân 1,669 g titan dioxit đã nung ở 1000^oC, cho vào bát bạch kim và nung chảy với 25 g kali pirosunfat ở nhiệt độ 800 - 850^oC, đun đến tan khối chảy trong 100 ml dung dịch axit sunfuric (1 + 1) trong cốc dung tích 400 ml. Sau đó thêm 100 ml nước và lọc dung dịch bằng giấy lọc trung bình vào bình định mức dung tích 1 lít. Rửa giấy lọc 5 - 6 lần bằng dung dịch axit sunfuric (1 + 19) thêm dung dịch axit sunfuric (1 + 19) đến vạch, lắc đều.

Xác định độ chuẩn của dung dịch titan tiêu chuẩn như sau: lấy 50 ml dung dịch vào cốc dung tích 250 ml; thêm 100 - 150 ml nước, vừa khuấy vừa cho amoniac đến kết tủa hoàn toàn rồi cho dư 10 ml. Đun dung dịch đến sôi, lọc qua giấy lọc trung bình, rửa kết tủa 3 - 4 lần bằng dung dịch amoniac 1% ấm.

Chuyển giấy lọc cùng với kết tủa vào chén bạch kim đã biết khối lượng, sấy khô, hóa tro và nung ở nhiệt độ 1000 - 1100^oC đến khối lượng không đổi. Đe nguội chén trong bình hút ẩm rồi cân.

Độ chuẩn dung dịch titan (T) tính bằng gam trên 1 ml dung dịch theo công thức:

$$T = \frac{(m - m_1) \cdot 0,5995}{V}$$

trong đó:

m - khối lượng kết tủa titan dioxit, g;

m₁ - khối lượng kết tủa màu trắng, g;

0,5995 - hệ số chuyển đổi titan dioxit ra titan;

V - thể tích dung dịch titan đã lấy, ml.

Sắt (III) clorua, dung dịch 0,025 N và 0,035 N chuẩn bị như sau: cân 6,76 g hoặc 9,46 g sắt (III) clorua, cho vào cốc dung tích 400 ml, thêm 200 ml dung dịch axit clohydric (1 + 19), đun đến khi muối tan. Đe nguội, lọc vào bình định mức dung tích 1 l, thêm dung dịch axit clohydric (1 + 19) đến vạch, lắc đều.

Sắt (III) amoni sunfat, dung dịch 0,025 N hoặc 0,035 N chuẩn bị như sau: hòa tan 12,5 % hoặc 17,5 % sắt (III) amoni sunfat trong 400 ml dung dịch axit sunfuric (1 + 19), thêm dung dịch kali pemanganat 2 % đến xuất hiện màu hồng rồi đun đến mất màu.

đề nguội, lọc vào bình định mức dung tích 1l, thêm dung dịch axit sunfuric (1 + 19) đến vạch, lắc đều.

Độ chuẩn dung dịch sắt (III) clorua hoặc sắt (III) amoni sunfat xác định như sau: lấy 50 ml dung dịch titan tiêu chuẩn vào bình nón dung tích 250 ml, thêm 100 ml dung dịch axit clohydric (1 + 1), 2 g nhôm kim loại rồi tiến hành khử và chuẩn độ như trong mục 3.1.

Độ chuẩn của các dung dịch chuẩn độ cũng có thể xác định bằng mẫu tiêu chuẩn ferotitan qua tất cả các giai đoạn như đối với mẫu phân tích.

Độ chuẩn (T) của dung dịch sắt (III) clorua hoặc sắt (III) amoni sunfat tính bằng gam titan trên 1 ml dung dịch, theo công thức:

$$T = \frac{m}{V},$$

trong đó:

m - khối lượng titan trong thể tích dung dịch tiêu chuẩn đã lấy, g;

V - thể tích dung dịch sắt (III) clorua hoặc sắt (III) amoni sunfat đã tiêu tốn, ml.

3. CÁCH TIẾN HÀNH

3.1. Khi tổng hàm lượng vanadi và molybden đến 0,2 %. Căn cứ vào hàm lượng titan để lấy lượng cân theo bảng 1.

Bảng 1

Hàm lượng titan, %	Lượng cân, g
Từ 20,0 đến 30,0	0,25
Trên 30,0 đến 40,0	0,20
» 40,0 » 70,0	0,10

3.1.1. Khi hàm lượng silic đến 10 % : cho lượng cân mẫu vào bình nón dung tích 250 ml, thêm 40 ml dung dịch axit sunfuric (1 + 4) rồi đun nhẹ đến khi mẫu tan. Cần thận thêm từng giọt 1 - 2 ml axit nitric rồi đun bốc hơi dung dịch đến thoát khói

anhydric sunfuric dày đặc. Để nguội, rửa thành bình bằng tia nước và đun đến thoát khói 1 lần nữa.

3.1.2. Khi hàm lượng silic trên 10%: cho lượng cân mẫu vào bát bạch kim, thêm 40 ml dung dịch axit sunfuric (1 + 4), 5 ml dung dịch axit clohydrit và 5 ml axit nitric.

Sau khi mẫu tan hết, đun bốc hơi đến xuất hiện khói anhydric sunfuric, để nguội, thêm 30 ml nước rồi chuyển dung dịch vào bình nón dung tích 250 ml. Tráng bát bằng nước và đun bốc hơi dung dịch đến thoát khói dày đặc.

3.1.3. Thêm vào dung dịch thu được bằng một trong hai phương pháp trên 100 ml dung dịch axit clohydric (1 + 1), thêm 30 - 40 ml nước và đun đến khi muối tan.

Nếu mẫu không tan hết, lọc dung dịch qua giấy lọc trung bình, rửa cặn 3 - 4 lần bằng dung dịch axit sunfuric (1 + 19) nóng.

Chuyển giấy lọc cùng với kết tủa vào chén bạch kim, sấy khô, hóa tro và nung. Nung chảy với 3 - 4 g kali pirosunfat ở 800 - 850 °C trong vòng 8 - 10 phút. Để nguội, lấy khối chảy ra bằng 30 ml dung dịch axit sunfuric (1 + 19) trong cốc dung tích 100 ml, đun đến khi muối tan hoàn toàn. Nhập với dung dịch chính. Đun bốc hơi dung dịch đến thể tích 100 - 120 ml, để nguội, thêm 2 g nhôm kim loại làm hai lần, đậy bình bằng mặt kính đồng hồ rồi để yên. Khi nhôm hầu như ngừng tan, đun bình đến sôi. Sau khi nhôm tan hoàn toàn, thêm 10 ml dung dịch amoni thioxianat và chuẩn độ ngay bằng dung dịch sắt (III) clorua hoặc sắt (III) amoni sunfat đến lúc xuất hiện màu vàng da cam bền.

Tốt nhất là chuẩn độ trong môi trường khí cacbonic.

3.2. Khi tổng hàm lượng vanadi và molipden trên 0,2%: lấy lượng cân mẫu như ở mục 3.1, vào bình nón dung tích 250, thêm 40 ml dung dịch axit sunfuric (1 + 4) rồi đun nhẹ đến khi mẫu tan. Cần thận thêm từng giọt 1 - 2 ml axit nitric và đun bốc hơi đến thoát khói anhydric sunfuric dày đặc. Để nguội, thêm 50 - 60 ml nước rồi đun đến tan muối.

Nếu mẫu không tan hết, lọc cặn không tan bằng giấy lọc trung bình, rửa 3 - 4 lần bằng dung dịch axit sunfuric (1 + 19). Chuyển giấy lọc cùng với kết tủa vào chén bạch kim, sấy khô, hóa tro rồi nung.

Nung cạn với 3 - 4 g kali pirosunfat ở 800 - 850°C trong vòng 8 - 10 phút. Để nguội, lấy khối chảy ra bằng [30 ml dung dịch axit sunfuric (1 + 19) trong cốc dung tích 100 ml, đun đến khi muối tan và nhập chung với dung dịch dầu. Đun bốc hơi dung dịch đến thể tích 100 - 120 ml, để nguội đến 70 - 80°C rồi rót thành dòng nhỏ vào bình nón dung tích 250 ml dung dịch natri hydroxit 25 % nóng.

Đun sôi dung dịch cùng với kết tủa 3-5 phút, để yên 15 - 20 phút. Lọc kết tủa bằng giấy lọc trung bình, rửa kết tủa vào bình 6 - 9 lần bằng dung dịch natri hydroxit 3 % nóng. Chuyển kết tủa vào bình nón đã dùng để tiến hành kết tủa, hòa tan phần kết tủa còn lại trên giấy lọc bằng 40 ml dung dịch axit clohydric (1 + 1) nóng. Rửa giấy lọc bằng dung dịch axit clohydric 1 % nóng đến hết ion sắt (thử bằng amoni thioxianat).

Đun bốc hơi dung dịch vừa thu được đến thể tích 80 - 100 ml, để nguội, thêm 20 ml axit clohydric rồi tiếp tục thao tác như trong mục 3.1.3. bắt đầu từ « ... thêm 2 g nhôm ».

4. TÍNH KẾT QUẢ

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

$$X = \frac{V \cdot T \cdot 100}{m}$$

trong đó :

V - thể tích dung dịch chuẩn độ tiêu tốn, ml ;

T - độ chuẩn của dung dịch chuẩn độ, g/ml ;

m - khối lượng mẫu, g.

4.2. Bảng sai lệch cho phép

Bảng 2

Hàm lượng titan, %	Sai lệch cho phép, % (tuyệt đối)
Từ 29,0 đến 40,0	0,1
Trên 40,0 » 70,0	0,6