

FEROTITAN		TCVN
Phương pháp xác định hàm lượng silic		3864 - 83
ферротитан Метод определения содержания кремния	Ferrotitanium. Method for the deter- mination of silicon content	Có hiệu lực từ 1-1-1985

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp khối lượng để xác định hàm lượng silic trong ferotitan từ 0,5 đến 30,0 %.

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 tách silic ở dạng axit silixic trong môi trường axit sunfuric bằng cách đun bốc hơi dung dịch đến thoát khói dày đặc.

2. HÓA CHẤT VÀ DUNG DỊCH

Axit sunfuric d 1,81 và dung dịch (1 + 1), (1 + 4).

Axit flohydric, dung dịch 40 %.

Axit clohydric d 1,19 và dung dịch (1 + 49).

Amoni thioxianat, dung dịch 5 %.

Bạc nitrat, dung dịch 0,05 %.

Gelatin, dung dịch 1 % mới pha.

Natri peoxit.

3. CÁCH TIẾN HÀNH

3.1. Căn cứ vào hàm lượng silic để lấy lượng cân mẫu như ở bảng 1.

Bảng 1

Hàm lượng silic, %	Lượng cân mẫu, g
Từ 0,5 đến 2,0	1,0
Trên 2,0 » 10,0	0,5
» 10,0 » 30,0	0,25

3.2. Khi hàm lượng silic đến 10 % cho lượng cân mẫu vào cốc dung tích 400 ml, thêm 60 ml dung dịch axit sunfuric (1 + 4), đậy cốc bằng mặt kính đồng hồ rồi đun đến tan mẫu, Cần thận thêm từng giọt 2 - 3 ml axit nitric rồi đun bốc hơi ở nhiệt độ vừa phải đến thoát khói anhydric sunfuric 3 - 5 phút.

3.3. Khi hàm lượng silic trên 10 % cho lượng cân mẫu vào chén sắt hoặc chén niken đã có sẵn 5 - 6 g natri peoxit trộn đều, phủ lên trên 1 - 2 g natri peoxit nữa, đậy nắp chén rồi nung chảy hỗn hợp ở nhiệt độ 400 - 500^oC trong 30 phút, sau đó nung ở nhiệt độ 800 ± 25^oC trong vòng 3 - 5 phút. Để nguội chén, đặt vào cốc dung tích 400 ml, thêm 100 - 150 ml nước rồi đun đến khi tách khỏi chảy ra. Dùng thìa thủy tinh đầu bọc cao su cọ sạch chén và rửa bằng nước. Cho axit clohydric đến tan hỗn hợp, thêm 50 ml axit sunfuric rồi đun bốc hơi dung dịch đến thoát khói anhydric sunfuric 3 - 5 phút.

3.4. Để nguội dung dịch thu được bằng 1 trong 2 cách đã nêu trong mục 3.2. và 3.3. thêm 200 ml nước, 10 ml axit clohydric rồi đun đến tan muối. Vừa khuấy vừa rót vào dung dịch nóng 10 ml dung dịch gelatin, sau đó để yên 5 phút.

Lọc kết tủa bằng giấy lọc trung bình, rửa 6 - 7 lần bằng dung dịch axit clohydric (1 + 49) đến hết ion sắt (thử bằng amoni rodanit), và bằng nước nóng đến hết ion clo (thử bằng bạc nitrat).

Hứng nước lọc vào cốc, đun bốc hơi đến xuất hiện khói trắng và tách bỏ sung axit silixic như đã nói ở trên.

Nhập chung kết tủa bỏ sung với kết tủa chính, cho vào chén bạch kim, sấy khô, hóa tro rồi nung 40 phút ở 1000 ± 25^oC.

Thấm ướt kết tủa bằng 3 - 4 giọt nước, thêm 4 - 5 ml dung dịch axit flohydric, 3 - 4 giọt dung dịch axit sunfuric 1 + 1 và đun đến đuổi hết axit sunfuric.

Nung chén trong lò 15 - 20 phút ở $1000 \pm 25^{\circ}\text{C}$ đến khối lượng không đổi, để nguội rồi cân khối lượng silic tương ứng với hiệu giữa 2 lần cân.

4. TÍNH KẾT QUẢ

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

$$X = \frac{[(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)] \cdot 0,4674 \cdot 100}{m}$$

trong đó:

m_1 - khối lượng chén và kết tủa trước khi xử lý bằng axit flohydric, g;

m_2 - khối lượng chén sau khi xử lý bằng axit flohydric, g;

m_3 - khối lượng chén mẫu trắng trước khi xử lý bằng axit flohydric, g;

m_4 - khối lượng chén mẫu trắng sau khi xử lý bằng axit flohydric, g;

m - khối lượng mẫu, g;

0,4674 - hệ số chuyển đổi từ silic dioxit sang silic.

4.2. Bảng sai lệch cho phép

Bảng 2

Hàm lượng silic, %		Sai lệch cho phép, % (tuyệt đối)
Từ	0,5 đến 1,0	0,05
Tren	1,0 » 2,0	0,08
»	2,0 » 5,0	0,10
»	5,0 » 10,0	0,20
»	10,0 » 15,0	0,25
»	15,0 » 20,0	0,35
»	20,0 » 30,0	0,40