

FEROTITAN		TCVN
Phương pháp xác định hàm lượng đồng		3867 - 83
ферротитан. Методы определения содержания меди.	Ferrotitanium. Method for the deter- mination of copper content.	Có hiệu lực từ 1.1.1985

Tiêu chuẩn này quy định các phương pháp xác định hàm lượng đồng trong ferotitan: so màu với natri dietyldithiocacbammat khi hàm lượng đồng từ 0,10 đến 0,50%.

So màu phức chất đồng - amoniac khi hàm lượng đồng từ 0,5 đến 3,5%.

Cực phổ khi hàm lượng đồng từ 0,10 đến 3,5%

Phương pháp cực phổ là khuyến khích áp dụng.

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

1. PHƯƠNG PHÁP SO MÀU VỚI NATRI DIETYLDITHIOCACBAMAT

1.1. Nguyên tắc

Phương pháp dựa vào sự tạo thành phức chất màu vàng nâu của đồng với natri dietyldithiocacbammat trong dung dịch amoniac và đo mật độ quang.

Các nguyên tố cần được che bằng axit xitric

1.2. Thiết bị, hóa chất và dung dịch

Phổ quang kế hoặc máy so màu quang điện cùng với các phụ kiện kèm theo.

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

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

Amoniacc d 0,91

Gelatin, dung dịch 0,5% mới chuẩn bị.

Axit xitric, dung dịch 20%.

Natri dietyldithiocacbammat, dung dịch 0,5% mới chuẩn bị.

Đồng điện phân.

Dung dịch đồng tiêu chuẩn.

Dung dịch A chuẩn bị như sau: đun 1,000 g đồng điện phân trong 10 ml dung dịch axit nitric đến tan. Thêm 30 ml dung dịch axit sunfuric (1 + 1) rồi đun bốc hơi đến xuất hiện khói anhidric sunfuric. Hòa tan muối trong 200 ml nước, chuyển dung dịch vào bình định mức dung tích 1 lít, làm lạnh, thêm nước đến vạch, lắc đều. 1 ml dung dịch tương đương với 0,001 g đồng.

Dung dịch B chuẩn bị như sau: lấy 10 ml dung dịch A vào bình định mức dung tích 1 lít, thêm nước đến vạch, lắc đều. 1 ml dung dịch chứa 0,00001 g đồng.

1.3. Cách tiến hành

1.3.1. Cân 0,5 g mẫu cho vào bình nón dung tích 250 ml, thêm 50 ml dung dịch axit sunfuric (1 + 4), đun đến tan mẫu. Thêm 1 - 2 ml axit nitric rồi đưa bốc hơi đến thoát khói anhidric sunfuric.

Làm nguội dung dịch, chuyển vào bình định mức dung tích 250 ml, thêm nước đến vạch, lắc đều.

Lấy vào hai bình định mức dung tích 100 ml mỗi bình 10 - 25 ml dung dịch, thêm 15 ml dung dịch axit xitric, 10 ml dung dịch gelatin, 15 ml amoniac, lắc đều, làm nguội. Thêm vào một trong hai bình 10 ml dung dịch natri dietyldithiocacbamal, lắc đều, thêm nước đến vạch. Bình thứ hai chỉ thêm nước đến vạch và dùng làm dung dịch so sánh.

Đo mật độ quang trên phổ quang kế ở bước sóng 435 nm hoặc trên máy so màu quang điện với kính lọc sóng màu xanh lam ở vùng truyền sóng từ 400 đến 440 nm.

1.3.2. Để dựng đường chuẩn dùng microburet cho 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; 8,0; 9,0; 10 ml dung dịch tiêu chuẩn B, thêm 10 ml dung dịch axit xitric, 10 ml dung dịch gelatin, 15 ml amoniac, lắc đều, làm nguội. Sau đó thêm 10 ml dung dịch natri dietyldithiocacbamal và thêm nước đến vạch.

Đo mật độ quang trên phổ quang kế ở bước sóng 435 nm hoặc trên máy so màu quang điện ở vùng truyền sóng từ 400 đến 440 nm.

Dùng nước làm dung dịch so sánh.

Từ mật độ quang và lượng đồng về đường chuẩn

1.4. Tính kết quả

1.4.1. Hàm lượng đồng (X) tính bằng phần trăm theo công thức:

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

trong đó:

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

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

1.4.2. Bảng sai lệch cho phép

Bảng 1

Hàm lượng đồng, %			Sai lệch cho phép, % (tuyệt đối)
Từ	0,10	đến 0,20	0,03
Trên	0,20	» 0,30	0,04
»	0,30	» 0,50	0,05
»	0,50	» 1,00	0,07
»	1,00	» 2,50	0,10
»	2,50	» 3,50	0,15

2. PHƯƠNG PHÁP SO MÀU PHỨC CHẤT ĐỒNG—AMONIAC

2.1. Nguyên tắc

Phương pháp dựa trên sự tạo thành phức chất đồng—amonic màu xanh lam khi ion đồng tác dụng với lượng dư amoniac và đo mật độ quang.

Các nguyên tố cản (sắt, titan...) được tách ở dạng hidroxit.

2.2. Thiết bị, hóa chất và dung dịch

Phổ quang kế hoặc máy so màu quang điện cùng với các phụ kiện kèm theo.

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

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

Amoniac d 0,91.

Sắt kim loại.

Sắt (III) clorua, dung dịch 20%.

Titan kim loại.

Đồng điện phân.

2.2.1. Dung dịch đồng tiêu chuẩn: đun 1,000 g đồng điện phân với 40ml dung dịch axit nitric đến tan hoàn toàn. Thêm 30 ml dung dịch axit sunfuric (1+1) rồi đun bốc hơi đến xuất hiện khói anhidric sunfuric. Hòa tan muối trong 200ml nước, chuyển dung dịch vào bình định mức 1 lít, làm lạnh, thêm nước đến vạch, lắc đều. 1 ml dung dịch chứa 0,001 đồng.

2.3. Cách tiến hành

2.3.1. Cân 1g mẫu cho vào bình nón dung tích 250 ml, thêm 50ml dung dịch axit sunfuric (1+4) rồi đun nhẹ đến tan mẫu, Cần thận thêm từng giọt 2-3 ml axit nitric, đun bốc hơi đến xuất hiện khói anhidric sunfuric dày đặc. Để nguội, thêm 100ml, đun đến tan muối, vừa lắc bình vừa thêm từng phần nhỏ dung dịch amoniac đến khi kết tủa hoàn toàn hidroxít, cho dư 30 - 35 ml. Làm nguội, chuyển vào bình định mức dung tích 250ml, thêm nước đến vạch, lắc đều. Lọc dung dịch qua giấy lọc trung bình gấp nếp, phần dung dịch đầu đổ đi.

Đo mật độ quang trên phổ quang kế ở bước sóng 700 nm hoặc trên máy so màu quang điện với kính lọc sáng màu đỏ ở vùng truyền sóng từ 620 đến 700nm.

Dùng dung dịch thí nghiệm trắng làm dung dịch so sánh.

2.3.2. Để dung dịch chuẩn cho vào 7 bình nón dung tích 250ml, mỗi bình 0,5 g sắt kim loại, 0,3 g titan kim loại và lần lượt 5,0; 10,0; 15,0; 20,0; 25,0; 30,0; 35,0ml dung dịch đồng tiêu chuẩn, 50ml dung dịch axit sunfuric (1+4) rồi đun đến tan các lượng cân. Thêm từng giọt 2 - 3 ml axit nitric, đun bốc hơi đến xuất hiện khói anhidric sunfuric dày đặc.

Để nguội, thêm 100ml nước, đun đến tan muối, vừa lắc bình vừa cho dung dịch amoniac đến kết tủa hoàn toàn hidroxít cho dư 30 - 35ml. Làm nguội, chuyển vào bình định mức dung tích 250ml, thêm nước đến vạch, lắc đều.

Lọc dung dịch qua giấy lọc gấp nếp vào bình khô. Phần dung dịch đầu đổ đi.

Đo mật độ quang như đã miêu tả trong mục 2.3.1.

Dùng nước làm dung dịch so sánh.

Nếu không có liti kim loại tiến hành dụng đường chuẩn như sau:

Lấy lần lượt vào các bình định mức dung tích 250ml 5,0; 10,0; 15,0; 20,0; 25,0; 30,0; 35,0 ml dung dịch đồng tiêu chuẩn, thêm 10ml dung dịch axit sunfuric (1+1), 40 ml dung dịch sắt (III) clorua, đun đến 50 - 60°C, vừa lắc bình vừa cho dung dịch amoniac đến kết tủa hoàn toàn hidroxit, cho dư 30 - 35ml, làm nguội, thêm nước đến vạch, lắc đều. Lọc dung dịch qua giấy lọc gấp nếp vào bình khô, phần dung dịch đầu đổ đi. Đo mật độ quang như đã miêu tả trong mục 2.5.1.

Dung dịch so sánh chứa tất cả các dung dịch, trừ dung dịch đồng tiêu chuẩn.

2.4. Tính kết quả

2.4.1. Hàm lượng đồng (X) tính bằng phần trăm theo công thức như trong mục 1.4.1.

2.4.2. Bảng sai lệch cho phép

Nem bảng 1.

3. PHƯƠNG PHÁP CỰC PHỒ

3.1. Phương pháp dựa trên sự khử các ion đồng trên cực thủy ngân giọt ở thế âm 0,48 V.

Đồng được tách khỏi sắt, titan và các nguyên tố cản khác ở dạng phức chất amoniac.

3.2. Thiết bị, hóa chất và dung dịch

Máy cực phở cùng với các phụ kiện kèm theo.

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

Axit nitric d 1,10 và dung dịch (1+1).

Amoni ac d 0,91.

Natri sunfit khan.

Kali pirosunfat.

Amoni clorua, dung dịch 10%.

Gelatin, dung dịch 0,5% mới chuẩn bị.

Titan dioxit.

Dung dịch titan; nung chảy 1,7g titan dioxyt 20 phút trong bát bạch kim với 20g kali pirosunfat, đun đến tan khối chảy trong 80 ml dung dịch axit sunfuric (1+1). Làm nguội, chuyển vào bình

định mức dung tích 250ml, thêm nước đến vạch. Lắc đều, 1 ml dung dịch tương đương với 0,004g titan.

Sắt (II) clorua, dung dịch 20%.

Đồng điện phân.

Dung dịch đồng tiêu chuẩn.

Dung dịch A chuẩn bị như sau: đun đến tan 1,000g đồng điện phân trong 20-25 ml dung dịch axit nitric. Thêm 30 ml dung dịch axit sunfuric (1+1) và đun bốc hơi đến xuất hiện khói anhidric sunfuric. Hòa tan muối bằng 100ml nước, chuyển dung dịch vào bình định mức dung tích 1 lit, thêm nước đến vạch, lắc đều. 1 ml dung dịch chứa 0,001 g đồng.

Dung dịch B chuẩn bị như sau: Lấy 100ml dung dịch A vào bình định mức dung tích 1 lit, thêm nước đến vạch, lắc đều. 1ml dung dịch chứa 0,0001g đồng.

3.3. Cách tiến hành

3.3.1. Căn cứ vào hàm lượng đồng để lấy lượng cân tương ứng như trong bảng 2

Bảng 2

Hàm lượng đồng, %	Lượng cân mẫu, g
Từ 0,1 đến 0,5	1,0
Trên 0,5 » 1,5	0,5
Trên 1,5 » 3,5	0,25

Cho lượng cân vào bình nón dung tích 250 ml, thêm 40 ml dung dịch axit sunfuric (1+4) rồi đun nhẹ đến tan mẫu. Thêm 2ml axit nitric, đun bốc hơi đến xuất hiện khói trắng.

Để nguội, thêm 70-80ml nước, 20 ml dung dịch amoni clorua rồi đun đến tan muối.

Khi hàm lượng đồng từ 0,1 đến 0,5% thêm 50 ml amoniac, chuyển vào bình định mức dung tích 250ml, thêm 3g natri sunfit, 5ml dung dịch gelatin, thêm nước đến vạch, lắc đều rồi để 10 phút.

Khi hàm lượng đồng trên 0,5% thêm 60ml amoniac, chuyển vào bình định mức dung tích 250 ml, thêm 4g natri sunfit, 5 ml dung dịch gelatin, thêm nước đến vạch, lắc đều và để yên 10 phút.

Lọc dung dịch qua 2 lớp giấy lọc trung bình gấp nếp vào bình khô, phần dung dịch đầu đổ đi.

Lấy một phần dung dịch vào bình cực phổ và đo cực phổ trong khoảng thế từ âm 0,1 đến 0,6V.

3.3.2. Hàm lượng đồng tính theo phương pháp so sánh với dung dịch đồng tiêu chuẩn qua tất cả các giai đoạn phân tích.

Tùy theo hàm lượng đồng mà lấy các lượng dung dịch A và B vào các bình nón dung tích 250ml như sau: khi hàm lượng đồng từ 0,1 đến 0,5% - từ 5 đến 50ml dung dịch B; khi hàm lượng đồng trên 0,5 - từ 2 đến 9 ml dung dịch tiêu chuẩn A.

Thêm 70ml dung dịch titan và 15 ml dung dịch sắt (III) clorua, đun đến xuất hiện khói trắng, làm nguội, thêm 70-80ml nước, 20ml dung dịch amoni clorua, lắc đều dung dịch rồi chuyển vào bình định mức dung tích 250ml.

Tiếp theo thao tác như đã miêu tả trong mục 3.3.1, bắt đầu từ «thêm 3g natri sunfit...». Cho phép xác định đồng bằng phương pháp thêm. Theo phương pháp này phải thêm vào mẫu ferotitan một lượng dung dịch đồng tiêu chuẩn sao cho chiều cao sóng của lượng thêm không thấp hơn nửa chiều cao sóng của mẫu phân tích.

3.4. Tính kết quả

3.4.1. Hàm lượng đồng theo phương pháp so sánh tính bằng phần trăm theo công thức:

$$X = \frac{H \cdot m \cdot 100}{H_1 \cdot m_1}$$

trong đó:

H - chiều cao sóng mẫu phân tích, nm;

H_1 - chiều cao sóng dung dịch tiêu chuẩn, nm;

m - khối lượng đồng trong dung dịch tiêu chuẩn, g;

m_1 - lượng cân mẫu, g.

Hàm lượng đồng (X) theo phương pháp thêm tính bằng phần trăm theo công thức:

$$X = \frac{H \cdot m \cdot 100}{(H_1 - H) \cdot m_1}$$

trong đó:

H - chiều cao sóng mẫu phân tích, nm;

H_1 - chiều cao sóng mẫu phân tích với lượng thêm đồng, nm;

m - khối lượng đồng đã thêm, g;

m_1 - lượng cân mẫu, g.

3.4.2. Bảng sai lệch cho phép

Xem bảng 1.