

FEROTITAN		TCVN
Phương pháp xác định hàm lượng nhôm		3866 — 83
ферротитан Метод определения содержания алюминия	Ferrotitanium. Method for the deter- mination of aluminium content	Có hiệu lực từ 1-1-1985

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp thể tích để xác định hàm lượng nhôm trong ferrotitan từ 3 đến 35%

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 một phức không màu bền vững giữa nhôm và muối dipatri của axit etylendiamintetra-axetic (di-Na-EDTA), phá hủy phức đó bằng amoni florua. Chuẩn độ lượng di-Na-EDTA vừa giải phóng bằng dung dịch kẽm axetat hoặc đồng sunfat với chỉ thị xylenon da cam hoặc PAN.

Tách nhôm khỏi các nguyên tố cản bằng natri hydroxit.

2. HÓA CHẤT VÀ DUNG DỊCH

Axit sunfuric d 1,84 và dung dịch (1 + 4), (1 + 9).

Axit nitric d 1,40.

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

Axit axetic d 1,05.

Axit flohydric, dung dịch 40%.

Natri hydroxit dung dịch 25%. Bảo quản trong bình polyetylen.

Kali pirosunfat.

Natri clorua.

Xylenon da cam chuẩn bị như sau: nghiền 1g xylenon da cam với 100g natri clorua.

1 - (pyridin - azo) - 2 - naphton (PAN); dung dịch 0,2% trong rượu izopropylic hoặc rượu etylic.

Rượu izopropylic.

Fenonftalein, dung dịch 0,1% trong rượu etylic.

Rượu etylic 96%.

Amoni florua, dung dịch 30%.

Amoni axetat.

Amoniac d 0,91.

Dung dịch đậm I, pH: 5,5 - 5,8 chuẩn bị như sau: hòa tan 500g amoni axetat trong 300ml nước. Chuyển dung dịch vào bình định mức dung tích 1 lít, thêm 30 ml axit axetic, thêm nước đến vạch, lắc đều.

Dung dịch đậm II, pH: 5,6 - 5,8 chuẩn bị như sau: hòa tan 320g amoni axetat trong 300 ml nước. Chuyển dung dịch vào bình định mức dung tích 1 lít, thêm 5 ml axit axetic, thêm nước đến vạch, lắc đều.

Muối dinatri axit etylendiamintetraaxetic, dung dịch 0,025 M hòa tan 9,3g muối trong 100 ml nước có vài giọt amoniac, lọc vào bình định mức dung tích 1 lít, rửa 2 - 3 lần bằng nước. Thêm nước đến vạch, lắc đều.

Nhôm kim loại.

Dung dịch nhôm tiêu chuẩn chuẩn bị như sau: đun đến tan 1.000g nhôm kim loại trong 50 ml dung dịch axit clohidric, oxy hóa bằng 4 - 5 giọt axit nitric, đun sôi, làm lạnh, chuyển dung dịch vào bình định mức dung tích 1 lít, thêm nước đến vạch, lắc đều. 1 ml dung dịch chứa 0,001g nhôm.

Kẽm axetat, dung dịch 0,025 chuẩn bị như sau: hòa tan 5,486g kẽm axetat trong 100 ml nước, đun đến tan muối, làm nguội, chuyển dung dịch vào bình định mức dung tích 1 lít, thêm vài ba giọt axit axetic, thêm nước đến vạch, lắc đều.

Đồng sunfat, dung dịch 0,025 chuẩn bị như sau: đun 6,24g đồng sunfat trong 100 ml nước đến tan. Làm nguội, lọc vào bình định mức dung tích 1 lít, rửa, thêm nước đến vạch, lắc đều.

Độ chuẩn dung dịch kẽm axetat và dung dịch đồng sunfat tính bằng gam nhôm trên 1 ml dung dịch tính theo dung dịch tiêu chuẩn nhôm như sau: lấy lượng cân sắt và titan căn cứ vào hàm lượng của chúng trong mẫu, cho vào bình nón dung tích 250 ml, thêm 20 - 40 ml dung dịch nhôm tiêu chuẩn, 40 ml dung

dịch axit sunfuric (1 + 4) rồi tiếp tục thao tác như đã miêu tả trong mục 3. Trường hợp không có titan kim loại có thể xác định độ chuẩn các dung dịch chuẩn độ theo mẫu tiêu chuẩn ferotitan qua tất cả các giai đoạn phân tích như đối với mẫu.

3. CÁCH TIẾN HÀNH

3.1. Căn cứ vào hàm lượng nhôm để lấy lượng cân mẫu và lượng dung dịch như ở bảng 1.

3.2. 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 tan mẫu. Sau đó thêm từng giọt 1—2ml axit nitric và đun bốc hơi đến xuất hiện khói anhidric sunfuric dày đặc.

Bảng 1

Hàm lượng nhôm, %	Lượng cân mẫu, g	Lượng dung dịch, ml
Từ 3,0 đến 4,0	0,5	100
Trên 4,0 » 8,0	0,25	100
» 8,0 » 16,0	0,25	50
» 16,0 » 25,0	0,25	25
» 25,0 » 35,0	0,20	25

Đề nguội, thêm 50 — 60 ml nước, đun đến tan muối.

Nếu còn cặn không tan, lọc bằng giấy lọc trung bình, rửa bằng nước nóng. Chuyển giấy lọc và cặn vào chén bạch kim, hóa tro rồi nung. Thêm 3 ml dung dịch axit flohidric, 2 — 3 giọt axit sunfuric rồi đun bốc hơi đến khô, sau đó nung chảy cặn với 2 — 3g kali pirosunfat ở $800 \pm 25^{\circ}\text{C}$. Đề nguội, đặt chén vào cốc dung tích 100 ml, thêm 20 ml dung dịch axit sunfuric (1 + 19) rồi đun đến tan khối chảy. Nhập dung dịch với dung dịch chính.

3.3. 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 flohidric, khuấy đều và thêm 5 ml axit nitric.

Sau khi mẫu tan, đun bốc hơi dung dịch đến xuất hiện khói anhidric sunfuric. Đề nguội, thêm 25 ml — 30 ml nước, chuyển

dung dịch vào bình nón dung tích 250 ml, tráng thành bát bằng nước nóng. Đun bốc hơi dung dịch một lần nữa đến bốc khói dày đặc. Để nguội, thêm 50 – 60 ml nước rồi đun đến tan muối.

3.4. Dung dịch thu được bằng một trong 2 cách đã nêu trong mục 3.2 hoặc 3.3 đến 70 – 80°C, rót thành dòng nhỏ vào bình nón dung tích 250 ml có sẵn 60 ml dung dịch natri hidroxit nóng. Đun sôi dung dịch và kết tủa 3 – 5 phút, làm lạnh, chuyển vào bình định mức dung tích 250 ml, thêm nước đến vạch, lắc đều. Lọc dung dịch vào bình khô, phần dung dịch đầu đổ đi.

3.5. Căn cứ vào phương pháp chuẩn độ để tiến hành việc xác định hàm lượng nhôm như sau:

3.5.1. Khi chuẩn độ lượng dư diNaEDTA bằng dung dịch kẽm axetat cho lượng dung dịch như đã ghi trong bảng 1 vào bình nón dung tích 500 ml, trung hòa bằng dung dịch axit clohidric với sự có mặt của 2 – 3 giọt dung dịch fenonftalein đến mất màu đỏ, cho dư 2 ml. Thêm 50 ml diNaEDTA, 40 ml dung dịch đệm I, nước đến thể tích 200 ml rồi đun sôi 2 – 3 phút.

Làm nguội dung dịch, thêm 0,1g hỗn hợp xylenon da cam, chuẩn độ lượng dư diNaEDTA bằng dung dịch kẽm axetat đến khi màu dung dịch chuyển từ vàng sang đỏ thẫm.

Thêm 5 ml dung dịch amoni florua, đun sôi dung dịch 2 – 3 phút làm nguội rồi chuẩn độ lượng diNaEDTA vừa giải phóng bằng dung dịch kẽm axetat với sự có mặt của 0,05% hỗn hợp xylenon da cam.

3.5.2. Khi chuẩn độ lượng dư diNaEDTA bằng dung dịch đồng sunfat cho lượng dung dịch như đã ghi trong bảng 1 vào bình nón dung tích 500 ml, trung hòa bằng dung dịch axit clohidric với sự có mặt của 2 – 3 giọt dung dịch fenolftalein đến mất màu đỏ, cho dư 2 ml. Thêm 50 ml diNaEDTA, 5 ml dung dịch đệm II, nước đến thể tích 200 ml, rồi đun sôi 2 – 3 phút. Để dung dịch nguội đến 60 – 80°C, thêm 1 ml dung dịch PAN và chuẩn độ lượng dư diNaEDTA bằng dung dịch đồng sunfat đến khi màu của dung dịch chuyển từ vàng sang tím đỏ bền vững. Thêm 5 ml dung dịch amoni florua và đun sôi 2 – 3 phút. Để dung dịch nguội đến 60 – 80°C, chuẩn độ lượng diNaEDTA vừa giải phóng bằng dung dịch đồng sunfat.

4. TÍNH KẾT QUẢ

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

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

trong đó:

V — thể tích dung dịch kẽm axetat hoặc đồng sunfat đã tiêu tốn để chuẩn độ lượng dung dịch diNaEDTA được giải phóng sau khi thêm dung dịch amoni florua, ml;

T — độ chuẩn của dung dịch kẽm axetat hoặc đồng sunfat, g/ml;

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

4.2. Bảng sai lệch cho phép

Bảng 2

Hàm lượng nhôm, %	Sai lệch cho phép, % (tuyệt đối)
Từ 3,0 đến 6,0	0,20
Trên 6,0 » 10,0	0,25
» 10,0 » 20,0	0,35
» 20,0 » 35,0	0,45