

PEROSILIC Phương pháp xác định canxi		TCVN 4157 - 85
		Có hiệu lực từ 01-07-1987
Ферросилиций Метод определения кальция	Ferrosilicon Methods for the deter- mination of calcium.	

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp chuẩn độ phức chất xác định canxi trong ferosilic (khi hàm lượng canxi từ 0,05 đến 0,5%).

1. YÊU CẦU CHUNG

Khi xác định canxi trong ferosilic phải theo các yêu cầu chung trong TCVN 4149-85

2. BẢN CHẤT PHƯƠNG PHÁP

Hòa tan ferosilic trong hỗn hợp axit nitric và flohidric. Các axit này được loại khi bốc hơi với axit pecloric.

Các nguyên tố gây ảnh hưởng đến xác định cho sắt, nhôm, crôm được loại trừ bằng urôtrôpin.

Chuẩn độ dung dịch thu được bằng dung dịch trilon B. Dùng Murêxit làm chỉ thị.

3. THIẾT BỊ, HÓA CHẤT VÀ DUNG DỊCH

Axit flohidric, dung dịch 40%.

Axit pecloric d 1,51 hay 1,67.

Axit nitric, dung dịch 1+1: 1+50.

Axit clohidric, dung dịch 1+1.

Etanola.

Amoniac, dung dịch 1+1.

Urotropin, dung dịch 30%.

Malachit xanh, dung dịch 0,2% trong etanola

Natri clorua

Natri hidroxit, dung dịch 40%.

Murêxit: nghiền 0,1g murêxit với 10g natri clorua.

Sắt (III) nitrat: hòa tan 145g muối trong 400cm³ dung dịch axit nitric 1+50 trong bình định mức dung tích 1dm³, thêm axit này đến vạch, lắc đều. Hàm lượng sắt trong dung dịch khoảng 0,02g/cm³.

Amoni oxalat, dung dịch 0,1 và 4%.

Metyl đỏ, dung dịch 0,1% trong etanola.

Canxi cacbonat.

Dung dịch tiêu chuẩn canxi: cho 5g canxi cacbonat đã sấy khô ở 105°C vào cốc dung tích 800cm³ và hòa tan trong 200cm³ dung dịch nitric 1+4. Đun sôi dung dịch 5 - 10 phút, để nguội chuyển vào bình nón dung tích 1dm³, thêm nước đến vạch, lắc đều. Nồng độ khối của canxi trong dung dịch khoảng 0,0020g/cm³.

Xác định nồng độ canxi bằng phương pháp khối lượng như sau:

Lấy vào 3 bình nón dung tích 250cm³ mỗi bình 10cm³ dung dịch tiêu chuẩn canxi, 150cm³ nước nóng, 25cm³ dung dịch amoni oxalat 4% rồi để bình ở chỗ ấm 10—15 phút. Thêm 2—3 giọt chỉ thị metyl đỏ, trung hòa dung dịch bằng amoniac đến đổi màu chỉ thị, rồi cho dư 1cm³ nữa. Đun sôi 10 phút, để lắng 15—18 giờ. Lọc kết tủa qua giấy lọc chảy chậm, rửa 6—8 lần bằng dung dịch amoni oxalat 0,1%. Cho giấy cùng kết tủa vào chén bạch kim, cần thận hóa tro rồi nung ở 1000—1100°C đến khối lượng không đổi. Tiến hành phân tích đồng thời với thí nghiệm kiểm tra. Nồng độ dung dịch (C) xác định theo canxi tính bằng g/cm³, theo công thức:

$$C = \frac{(m - m_1) \cdot 0,7147}{V}$$

trong đó:

m — khối lượng kết tủa canxi, g;

m₁ — khối lượng kết tủa thí nghiệm kiểm tra, g;

0,7147 — hệ số chuyển canxi oxit ra canxi;

V — thể tích phần dung dịch xác định, cm³.

Trilon B, dung dịch 0,005 Mol/dm³: hòa tan 1,88g trilon B trong 800—900cm³ nước trong bình định mức dung tích 1dm³ thêm nước đến vạch, lắc đều.

Nồng độ khối dung dịch trilon B xác định theo mẫu chuẩn ferosilic có thành phần gần với mẫu phân tích và tiến hành qua tất cả các giai đoạn phân tích, như chỉ dẫn trong mục 4.

Nồng độ khối của trilon B (C_1) xác định theo canxi tính bằng g/cm³, xác định theo mẫu chuẩn, theo công thức:

$$C_1 = \frac{C_2 \cdot m}{(V - V_1) \cdot 100}$$

trong đó:

C_2 — Hàm lượng canxi trong mẫu chuẩn, %;

m — lượng cân mẫu chuẩn có trong phần dung dịch đem xác định, g;

V — Thể tích dung dịch trilon B tiêu hao khi chuẩn độ dung dịch mẫu chuẩn, cm³

V_1 — thể tích dung dịch trilon B tiêu hao khi chuẩn độ dung dịch thí nghiệm kiểm tra, cm³.

Trường hợp không có mẫu chuẩn ferosilic có hàm lượng canxi xác định, thì xác định nồng độ khối của dung dịch chuẩn độ theo dung dịch tiêu chuẩn canxi: lấy lượng tương ứng dung dịch canxi nitrat vào bát bạch kim, rót 10 cm³ dung dịch sắt nitrat, 10 cm³ axit nitric và 10 cm³ axit flohydric, bốc hơi đến khô rồi tiếp tục phân tích như chỉ dẫn trong điều 4.

Nồng độ khối dung dịch trilon B (C_1) xác định theo dung dịch canxi nitrat và tính bằng g/cm³, theo công thức:

$$C_1 = \frac{V \cdot C}{V_1}$$

trong đó:

V — thể tích dung dịch canxi nitrat đem chuẩn độ, cm³;

C — nồng độ canxi nitrat theo canxi, g/cm³;

V_1 — thể tích dung dịch trilon B tiêu hao khi chuẩn độ, cm³.

4. TIẾN HÀNH PHÂN TÍCH

Cân 1 g ferosilic, cho vào bát bạch kim, thấm ướt bằng nước, cẩn thận rót vào 10 cm³ axit flohydric, cho từng giọt axit nitric đến ngừng sủi bọt rồi thêm 5 cm³ nữa. Đặt bát lên bếp điện, đun nóng để hòa tan mẫu, bốc hơi dung dịch đến khô. Rót vào bát 10 cm³ axit pecloric rồi lại bốc hơi đến khô.

Rót vào 10 cm³ axit clohydric, đun nóng đến tan muối. Chuyển dung dịch sang cốc dung tích 400 cm³, thêm 5 giọt rượu, 100 cm³ nước nóng, trung hòa dung dịch bằng amoniac đến xuất hiện kết tủa rồi hòa tan ngay bằng vài giọt axit clohydric. Thêm 10 cm³ dung dịch urotropin, đun đến 70 – 80°C, giữ ở nhiệt độ 10–15 phút (không được đun sôi). Để nguội, chuyển dung dịch cùng kết tủa sang bình định mức dung tích 200³, thêm nước đến vạch, lắc đều, để lắng.

Lọc dung dịch qua giấy lọc khô, loại chảy nhanh vào cốc khô, bỏ phần dung dịch đầu.

Lấy 100 cm³ dung dịch lọc vào cốc, thêm 3 – 4 giọt dung dịch malachit xanh, vừa khuấy mạnh vừa cho từ từ dung dịch natri hydroxit đến mất màu dung dịch rồi cho dư 6 – 8 giọt (tổng cộng hết khoảng 5 cm³ dung dịch natri hydroxit). Sau đó cho 0,10 – 0,15g chỉ thị murexit. Chuẩn độ bằng dung dịch trilon B đến khi màu chuyển sang xanh sáng.

5. TÍNH KẾT QUẢ

5.1. Hàm lượng canxi (Ca) tính bằng phần trăm, theo công thức:

$$Ca = \frac{C_1(V - V_1) \cdot 100}{m}$$

trong đó:

C₁ – nồng độ dung dịch trilon B, xác định theo canxi, g/cm³.

V – thể tích dung dịch trilon B, tiêu hao khi chuẩn độ dung dịch mẫu, cm³;

V₁ – thể tích dung dịch trilon B, tiêu hao khi chuẩn độ dung dịch thí nghiệm kiểm tra, cm³;

m – lượng cân mẫu có trong phần dung dịch đem xác định, g;

5.2. Bảng sai lệch giới hạn

%

Hàm lượng canxi	Sai lệch tuyệt đối giới hạn
Từ 0,05 đến 0,10	0,015
Trên 0,10 » 0,25	0,025
» 0,25 » 0,50	0,035