

FEROCROM Phương pháp xác định hàm lượng crom		TCVN 3854 – 83
Феррохром методы определения содержания хрома	Ferrochrome Methods for the deter- mination of chrome content	Có hiệu lực từ 1-1-1985

Tiêu chuẩn này quy định hai phương pháp phân tích để xác định hàm lượng crom từ 60,0 đến 80,0% trong ferocrom: phương pháp chuẩn độ dùng chất chỉ thị và phương pháp chuẩn độ điện thế. Phương pháp chuẩn độ điện thế là khuyến khích áp dụng.

Khi tiến hành phân tích, nhất thiết phải tuân theo những yêu cầu chung trong TCVN 3853 – 83.

1. PHƯƠNG PHÁP CHUẨN ĐỘ DÙNG CHẤT CHỈ THỊ

1.1. Nguyên tắc

Phương pháp dựa vào quá trình oxy hóa crom (III) đến crom (IV) trong môi trường axit sunfuric bằng amoni fesunfat, dùng bạc nitrat làm chất xúc tác và chuẩn độ bằng dung dịch muối Mo với chỉ thị axit phenyltranilic.

1.2. Hóa chất và dung dịch

Amoni pesunfat, dung dịch 40%.

Axit nitric d 1,40

Axit sunfuric d 1,84 và dung dịch (1+4), (1+3), (2+1).

Axit photphoric d 1,70.

Axit phenyltranilic, dung dịch 0,2% chuẩn bị như sau: hòa tan 0,2 g axit phenyltranilic trong 100 ml dung dịch natricacbonat 0,2%.

Axit pecloric, dung dịch 57%.

Mangan sunfat, dung dịch 0,1%.

Natri cacbon khan và dung dịch 0,2%.

Natri clorua, dung dịch 5%.

Natri neoxit.

Bạc nitrat, dung dịch 0,25%.

Sắt (II) amoni sunfat (muối Mo) dung dịch tiêu chuẩn chuẩn bị như sau: hòa tan 80 g muối Mo trong 30 ml nước chứa 40 ml axit sunfuric, pha loãng đến 1 l bằng nước rồi lắc kỹ. Tiến hành xác định độ chuẩn của dung dịch như sau: cân 0,25 g kali dicromat đã được kết tinh lại và sấy khô ở 180 – 200°C khoảng 1,5 – 2 giờ, cho vào bình nón dung tích 500 ml thêm 200 ml nước, 60 ml dung dịch axit sunfuric (1+4) 5 ml axit photphoric rồi lắc cho tan. Thêm 6 giọt dung dịch axit phenylantranilic và chuẩn độ bằng dung dịch muối Mo đến chuyển màu từ tím xanh sang xanh lá cây.

Độ chuẩn của dung dịch muối Mo (T) tính bằng gam crom trên 1 ml dung dịch theo công thức:

$$T = \frac{m \cdot 0,3535}{V}$$

trong đó:

m — khối lượng kali dicromat, g;

V — thể tích dung dịch muối Mo tiêu tốn khi chuẩn độ, ml;
0,3535 — hệ số chuyển từ kali dicromat ra crom.

1.3. Cách tiến hành

1.3.1. Cân 0,2 g ferocrom, cho vào bình nón dung tích 500 ml. Cho 10 ml axit sunfuric, 20 ml nước và đun đến tan mẫu. Thêm 3 – 4 giọt axit nitric, đun sôi để đuổi hết nito axit và cô đến khi thoát khói trắng của axit sunfuric.

Nếu mẫu khó tan thì khi phân hủy phải thêm 25 ml axit pecloric, đặt mặt kính đồng hồ rồi đun cho tan. Để nguội, thêm 250 – 300 ml nước rồi đun cho tan muối.

Đối với mẫu ferocrom khó tan thuộc loại cacbon cao, khi tiến hành phân hủy mẫu có thể nung chảy với natri peoxit như sau:

Cho 0,2 g mẫu vào chén sắt có sẵn 3 g natri peoxit, trộn đều rồi phủ lên trên 1 g natri peoxit nữa. Cho vào lò và nâng nhiệt độ lên từ từ đến 800 – 850°C và giữ ở nhiệt độ đó 4 – 5 phút. Sau khi chén nguội, cho vào cốc dung tích 400 – 500 ml. Thêm 150 ml nước và đặt cốc ngay bằng mặt kính đồng hồ. Sau khi khối chảy đã tan, lấy chén ra rồi rửa bằng nước nóng. Đun dung dịch cùng với kết tủa sôi và sôi 5 – 6 phút để phân hủy hết hidro

peoxit. Để nguội, thêm 30 ml dung dịch axit sunfuric (2+1) rồi đun đến tan kết tủa. Sau đó chuyển dung dịch vào bình nón dung tích 500 ml.

1.3.2. Thêm vào dung dịch mẫu thu được ở trên 10 ml axit photphoric, 10 ml dung dịch bạc nitrat. Đun đến sôi, thêm 30 ml dung dịch amoni persulfat và đun sôi ít phút. Dung dịch có màu tím của axit pemanganic. Nếu mẫu không có mangan, thêm 3 - 4 giọt dung dịch mangan sunfat để kiểm tra sự oxy hóa hoàn toàn của crom. Sau đó thêm 10 ml dung dịch natri clorua rồi đun sôi cho đến hết màu tím.

1.3.3. Làm nguội dung dịch đến nhiệt độ phòng. Thêm 60 ml dung dịch axit sunfuric (1+4), 6 giọt dung dịch axit phenylantranilic và chuẩn độ từ từ bằng dung dịch muối Mo đến khi màu dung dịch chuyển từ tím xanh sang xanh lá cây.

1.4. Tính kết quả

Hàm lượng crom (X) tính bằng phần trăm theo công thức:

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

trong đó:

T — độ chuẩn của dung dịch muối Mo;

V — thể tích dung dịch muối Mo tiêu tốn khi chuẩn độ, ml;

m — khối lượng mẫu, g.

2. PHƯƠNG PHÁP CHUẨN ĐỘ ĐIỆN THẾ

2.1. Nguyên tắc

Crom và vanadi (nếu có) được oxy hóa trong môi trường axit sunfuric bằng amoni persulfat với bạc nitrat làm chất xúc tác. Chuẩn độ crom (VI) và vanadi (V) theo muối Mo bằng phương pháp điện thế. Dùng kali pemanganat oxy hóa vanadi (IV) đến vanadi (V) và ion MnO_4^- dư được khử bằng ion nitrit. Sau đó chuẩn độ lại vanadi (V) bằng muối Mo. Từ hiệu số thể tích muối Mo của 2 lần chuẩn độ tính hàm lượng crom chứa trong mẫu.

2.2. Thiết bị, hóa chất và dung dịch

Máy chuẩn độ điện thế (hoặc máy đo PH) với điện cực platin và calomen.

Axit nitric, d 1,40

Axit sunfuric, d 1,84 và dung dịch (1 + 1), (2 + 1).

Axit photphoric, d 1,70.

Axit pecloric dung dịch 57 g.

Natri peoxit.

Natri nitric, dung dịch 5 %.

Amoni pesunfat, dung dịch 40 %.

Bạc nitrat, dung dịch 0,25 %.

Kali pemanganat, dung dịch 2,5 %.

Mangan sunfat, dung dịch 0,1 %.

Natri clorua, dung dịch 5 %.

Thiourê.

Sắt (II) amoni sunfat (muối Mo) dung dịch chuẩn độ chuẩn bị như sau: hòa tan 70 g muối Mo trong 300 ml nước chứa 40 ml axit sunfuric, pha loãng đến 1 l bằng nước rồi lắc kỹ. Tiến hành xác định độ chuẩn của dung dịch như sau: cân 0,2 g kali dicromat đã được kết tinh lại và sấy khô ở 180 — 200°C khoảng 1,5 — 2 giờ, cho vào cốc dung dịch 500 ml rồi hòa tan bằng 200 ml nước. Axit hóa dung dịch bằng 60 ml dung dịch axit sunfuric (1 + 4) và chuẩn độ theo muối Mo bằng máy chuẩn độ điện thế với điện cực platin và calomen.

Độ chuẩn của dung dịch muối Mo (T) tính bằng gam crom trên 1 ml dung dịch theo công thức:

$$T = \frac{m \cdot 0,3535}{V},$$

trong đó:

m — khối lượng kali dicromat g;

V — thể tích dung dịch muối Mo tiêu tốn khi chuẩn độ, ml;

0,3535 — hệ số chuyển từ kali dicromat ra crom.

2.3. Cách tiến hành

Mẫu được phân hủy tương tự như phần 1.3.1. Dung tích mẫu thu được từ phần 1.3.2. được làm nguội đến nhiệt độ phòng và chuyển vào cốc dung tích 500 ml. Chuẩn độ theo muối Mo bằng máy chuẩn độ điện thế. Lượng muối Mo tiêu tốn khi chuẩn độ tương ứng với hàm lượng crom và vanadi (nếu có) chứa trong mẫu.

Cho vào dung dịch đã chuẩn độ lần đầu ở trên từng giọt dung dịch kali pemanganat đến khi có màu hồng bền vững. Khuấy dung dịch liên tục trong 2 phút để vanadi bị oxy hóa hoàn toàn. Cho từng giọt dung dịch natri nitric đến khi dung dịch mất màu hồng và sau đó thêm 2 g thiouré và 60 – 80 ml dung dịch axit sunfuric (1 + 4). Khi thể diện cực đã ổn định, tiến hành chuẩn độ bằng muối Mo lần thứ 2. Lượng muối Mo tiêu tốn tương ứng với hàm lượng vanadi chứa trong mẫu. Hàm lượng crom được tính từ độ chênh lệch giữa 2 lần chuẩn.

2.4. Tính kết quả

2.4.1. Hàm lượng crom (X) tính bằng phần trăm theo công thức:

$$Cr = \frac{T (V_1 - V_2) \cdot 100}{m}$$

trong đó:

T – độ chuẩn của dung dịch muối Mo;

V_1 – thể tích dung dịch muối Mo tiêu tốn khi chuẩn độ lần đầu, ml;

V_2 – thể tích dung dịch muối Mo tiêu tốn khi chuẩn độ lần thứ hai, ml;

m – khối lượng mẫu, g.

2.4.2. Bảng sai lệch cho phép

Hàm lượng crom, %	Sai lệch cho phép, % (tuyệt đối)
dến 60,0	0,30
Trên 60,0 đến 70,0	0,40
» 70,0 » 80,0	0,45