

<b>FEROCROM</b>		<b>TCVN</b> <b>3858 - 83</b>
<b>Phương pháp xác định hàm lượng photpho</b>		
феррохром метод определения содержания фосфора	Ferrochrome Method for the deter- mination of phospho- rus content	Có hiệu lực từ 1-1-1985

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp so màu để xác định photpho trong ferocrom với hàm lượng trên 0,01%.

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

## 1. NGUYÊN TẮC

Phương pháp dựa vào sự tạo thành axit dị đa màu vàng photphomolyptic và quá trình khử axit này đến phức chất màu xanh lam bằng thiourê hoặc ion sắt (II) với sự có mặt của hydroxilamin hydroclorua trong môi trường axit clohydric. Cường độ màu của dung dịch tỉ lệ với hàm lượng photpho. Đo mật độ quang của dung dịch bằng máy so màu quang điện hoặc phổ quang kế.

Photpho được tách cùng với tổng hydroxit bằng amoniac sau khi oxy hóa crom (III) đến crom (VI).

## 2. THIẾT BỊ, HÓA CHẤT VÀ DUNG DỊCH

Máy so màu quang điện hoặc phổ quang kế với các phụ tùng kèm theo.

Axit clohydric d 1,19 và dung dịch d 1,105: pha loãng 560 ml axit clohydric đến 1 l bằng nước.

Axit nitric d 1,10.

Axit sunfuric d 1,84 và dung dịch (1 + 1), (1 + 3), (1 + 4), (1 + 19) (1 + 50).

Axit pecloric, dung dịch 57%.

Axit flohidric, dung dịch 40%.

Amoni clorua, dung dịch 2% được trung hòa bằng amoniac theo chỉ thị metyl da cam.

Rượu etylic, dung dịch 96%.

Amoni pesunfat, dung dịch 20%.

Amoni d 0,91.

Kali dihydrophotphat.

Bạc nitrat, dung dịch 0,25%.

Natri cacbonat khan và dung dịch 2%.

Amoni molyptat, dung dịch 5% chuẩn bị như sau: hòa tan 5 g amoni molyptat trong 100 ml nước nóng. Trường hợp phải kết tinh lại, tiến hành như sau: đun 250g amoni molyptat trong 400ml nước ở 70 - 80°C đến tan, lọc dung dịch qua 2 lớp giấy lọc dày, để nguội đến nhiệt độ phòng. Vừa khuấy vừa thêm 300 ml rượu etylic, để yên 1 giờ rồi lọc chân không qua giấy lọc trung bình. Rửa kết tủa 2 - 3 lần bằng rượu etylic rồi sấy khô ngoài không khí.

Sắt (III) amoni sunfat, dung dịch 10%: hòa tan 100 g sắt (III) amoni sunfat trong 1 l dung dịch axit sunfuric (1 + 19)

Hidroxilamin hydroclorua, dung dịch 20%.

Hỗn hợp khử: trộn 15 ml dung dịch đồng (II) sunfat 1% với 700ml dung dịch thiourê đến 8%. Để yên 24 giờ. Lọc để loại kết tủa.

Dung dịch photpho tiêu chuẩn: dung dịch A chuẩn bị như sau: hòa tan 0,4393 g kali dihydrophotphat (đã kết tinh lại 2 lần và sấy ở 110°C) trong khoảng 100 ml nước. Chuyển vào bình định mức dung tích 1 l, định mức bằng nước, lắc kỹ. 1 ml dung dịch này chứa 0,0001 g photpho.

Dung dịch B chuẩn bị như sau: cho 10 ml dung dịch A vào bình định mức dung tích 100 ml, định mức bằng nước, lắc kỹ. 1 ml dung dịch này chứa 0,00001 g photpho. Dung dịch dùng trong ngày.

### 3. CÁCH TIẾN HÀNH

3.1. Cân 0,5 đến 1,0 g mẫu, cho vào cốc dung tích 400 ml. Thêm 10 ml axit sunfuric, 30 ml nước rồi đun nhẹ đến hết phản ứng

mạnh. Nhỏ vào dung dịch đó từng giọt 5 ml axitnitric và đun đến tan hết mẫu. Trường hợp mẫu không tan hết, làm nguội dung dịch, thêm 40 – 60 ml axit pecloric và đun đến khi khói trắng bốc ra dày đặc. Để nguội. Thêm 100–150 ml nước rồi đun nóng cho tan muối. Lọc dung dịch qua giấy lọc trung bình, rửa 8 – 10 bằng dung dịch axit sunfuric (1 + 50) và 5 – 6 lần bằng nước nóng. Giữ dung dịch lọc.

Cho giấy lọc cùng với cặn không tan vào chén bạch kim, sấy khô và đốt ở 600 – 700°C khoảng 1 giờ. Để nguội chén, thêm 2 – 3 giọt nước và 3 – 4 giọt dung dịch axit sunfuric (1 + 1), 3 – 5 ml dung dịch axit flohydric rồi đun đến khô. Nung ở 600 – 700°C khoảng 10 phút. Để nguội, thêm 1 – 1,5 g natri cacbonat khan rồi nung chảy ở 900 – 1000° khoảng 45 phút. Lấy khối chảy ra bằng 40 – 50 ml nước nóng trong cốc dung tích 250 ml. Lọc dung dịch qua giấy lọc trung bình. Rửa cốc 3 – 4 lần và rửa giấy lọc 6 – 8 bằng dung dịch natri cacbonat nóng. Bỏ giấy lọc cùng với cặn. Nhập dung dịch này với với dung dịch lọc thu được ở trên.

Cô dung dịch đến thể tích 100 – 150 ml. Thêm 50 ml dung dịch sắt (III) amoni sunfat. Trung hòa bằng amoniac đến xuất hiện kết tủa hidroxit lại hòa tan kết tủa bằng từng giọt dung dịch axit sufuric (1+1). Đun dung dịch đến sôi, thêm 10 ml dung dịch bạc nitrat và 30 ml dung dịch amoni pesunfat rồi đun sôi 2 – 3 phút. Thêm amoniac đến kết tủa hoàn toàn hydroxit rồi lại đun sôi 1 – 2 phút. Lọc kết tủa qua giấy lọc trung bình. Rửa 8 – 10 lần bằng dung dịch amoni clorua nóng.

Hòa tan kết tủa vào cốc đã dùng để kết tủa bằng 30 ml dung dịch axit sunfuric (1+1) nóng. Rửa giấy lọc 3–4 lần bằng dung dịch axit sunfuric (1+50) và 6–8 lần bằng nước nóng.

Thêm amoniac vào dung dịch lọc đến xuất hiện kết tủa, rồi lại hòa tan kết tủa bằng từng giọt dung dịch axit sunfuric (1+1). Đun dung dịch đến sôi, thêm 50 ml dung dịch bạc nitrat và 10–15 ml dung dịch amoni pesunfat rồi đun sôi 2–3 phút. Sau khi oxy hóa crom (III) đến crom (VI), tiến hành kết tủa tổng hidroxit bằng amoniac, lọc và rửa kết tủa như đã mô tả ở phần trên.

Hòa tan kết tủa trên giấy lọc bằng 30 ml dung dịch axit clohidric (1+1) vào cốc đã dùng để kết tủa. Rửa giấy lọc 6–8 lần bằng nước. Bốc hơi dung dịch đến thể tích nhỏ, làm nguội, chuyển vào bình định mức dung tích 100 ml, định mức bằng nước, lắc kỹ. Lọc dung dịch qua giấy lọc khô, phễu khô vào cốc khô. Phần dung dịch đầu dùng để tráng cốc và đổ đi.

3.1.1. Khử axit dị đa photphomolyptic bằng ion sắt (II) với sự có mặt của hidroxilamin hydroclorua.

Cho 25 ml dung dịch thu được ở mục 3.1. vào bình nón dung tích 100 ml, vừa lắc vừa cho từng giọt amoniac đến xuất hiện kết tủa rồi hòa tan kết tủa đó bằng từng giọt dung dịch axit clohidric d 1,105. Thêm 10 ml dung dịch hidroxilamin hydroclorua vào dung dịch trong suốt đó, đun dung dịch đến hết màu vàng nhưng không được để sôi. Nếu dung dịch có màu vàng thì vừa lắc vừa thêm từng giọt amoniac đến khi dung dịch mất màu. Nếu xuất hiện vẩn tủa thì hòa tan bằng 1–2 giọt dung dịch axit clohidric, làm nguội đến nhiệt độ phòng, thêm 10 ml dung dịch axit clohidric rồi vừa lắc vừa thêm từng giọt 10 ml dung dịch amoni molyptat. Sau đó chuyển dung dịch vào bình định mức dung tích 100 ml, định mức bằng nước rồi lắc kỹ.

3.1.2. Khử axit dị đa photphomolyptic bằng hỗn hợp khử

Cho 25 ml dung dịch thu được ở mục 3.1 vào bình định mức dung tích 100 ml. Thêm amoniac đến xuất hiện kết tủa rồi hòa tan bằng từng giọt dung dịch axit clohidric và cho dư 2 ml. Thêm 10 ml hỗn hợp khử. Sau 1–2 phút, thêm 10 ml dung dịch axit clohidric d 1,105, vừa lắc vừa cho từng giọt 8 ml dung dịch amoni molyptat. Định mức bằng nước rồi lắc kỹ.

3.2. Sau khi khử 10–20 phút, đo mật độ quang của dung dịch trên máy so màu quang điện với kính lọc màu đỏ có vùng truyền sóng 650–700 nm hoặc trên phổ quang kế ở bước sóng 810 nm với cuvet có chiều dày thích hợp. Dùng nước làm dung dịch so sánh. Đồng thời đo mật độ quang phần dung dịch thứ hai chứa tất cả các thành phần trừ amoni molyptat để loại ảnh hưởng của các ion có màu trong dung dịch.

Hàm lượng photpho được tính theo phương pháp đường chuẩn.

3.3. Để dựng đường chuẩn, lấy 8 bình định mức dung tích 100 ml. Cho vào đó lần lượt: 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0 ml dung dịch tiêu chuẩn B. Thêm nước vào mỗi bình đến 25 ml, 5 ml sắt (III), amoni sunfat rồi tiến hành như đối với mẫu. Từ lượng photpho và mật độ quang tương ứng vẽ đường chuẩn.

#### 4. TÍNH KẾT QUẢ

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

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

trong đó:

$m_1$  – khối lượng photpho tìm được theo đường chuẩn, g;

$m$  – khối lượng mẫu tương ứng với phần dung dịch phân tích đã lấy, g.

4.2. Bảng sai lệch cho phép

Hàm lượng photpho, %				Sai lệch cho phép, % (tuyệt đối)
Từ	0,01	đến	0,02	0,003
Trên	0,02	“	0,03	0,004
“	0,03	“	0,05	0,006
“	0,05	“	0,10	0,008