

FEROMANGAN		TCVN 3869 — 83
Phương pháp xác định hàm lượng mangan		
Ферромарганец. Метод определения содержания марганца	Ferromanganes. Method for the deter- mination of mangan- ese content	Có hiệu lực từ 1-1-1985

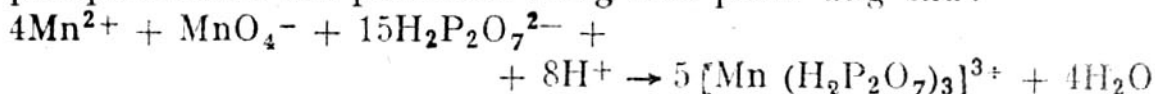
Tiêu chuẩn này quy định phương pháp chuẩn độ điện thế để xác định tổng hàm lượng mangan trong hợp kim feromangan.

Khi xác định mangan trong feromangan phải tuân theo những yêu cầu chung trong TCVN 3868 — 83

1. NGUYÊN TẮC

Trong môi trường trung tính với sự có mặt của natri pirophotphat, ion mangan hóa trị (II) được chuẩn độ bằng kali pemanganat. Xác định điểm kết thúc của phản ứng bằng phương pháp chuẩn độ điện thế.

Ion mangan hóa trị (III), tạo thành do sự oxy hóa các ion mangan hóa trị (II) và sự khử ion pemanganat, kết hợp với pirophotphat thành ion phức bền vững theo phản ứng sau:



2. THIẾT BỊ, HÓA CHẤT VÀ DUNG DỊCH

Máy chuẩn độ điện thế hay máy đo pH cùng các phụ kiện kèm theo.

Điện cực chỉ thị: tấm bạch kim hay dây bạch kim. Sau 15 — 20 lần xác định phải rửa điện cực bằng axit clohydric và nung.

Điện cực so sánh: điện cực calomen bão hòa.

Máy khuấy từ hay máy khuấy cơ học.

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

Axit clohydric d 1,19 và dung dịch (1 + 1)

Axit sunfuric dung dịch (1 + 1), (1 + 4).

Bromthimol xanh, dung dịch 0,1 % trong rượu etylic (1 + 4) chuẩn bị như sau: hòa tan 0,1 g bromthimol xanh trong 20 - 30 ml rượu etylic (1 + 4), định mức đến 100 ml bằng rượu này.

Natri pirop^l,otphat, dung dịch bão hòa chuẩn bị như sau: hòa tan khoảng 12 g muối trong 100 ml nước nóng (khoảng 70°C). Để nguội cho lượng muối dư kết tinh.

Natri cacbonat, dung dịch 20 % chuẩn bị như sau: hòa tan 20 g natricabonat trong nước rồi pha loãng đến 100 ml.

Rượu etylic, dung dịch (1 + 4),

Kali pemanganat kết tinh lại như sau:

Hòa tan kali pemanganat trong 250 ml nước nóng (70 - 80°C) cho đến khi bão hòa. Vừa khuấy vừa đun sôi dung dịch khoảng 20 - 30 phút rồi lọc ngay qua phễu thủy tinh có màng xốp N3. Vừa khuấy mạnh vừa làm lạnh dung dịch, để yên cho kết tủa lắng 10 phút. Chắt dung dịch đi, chuyển kết tủa sang phễu thủy tinh có màng xốp N3, bơm hút phần dung dịch còn lại.

Kết tinh kali pemanganat lại một lần nữa. Sau đó chuyển kết tủa sang mặt kính đồng hồ, hong khô ngoài không khí (để chỗ tối và không có bụi) cuối cùng sấy kết tủa ở $100 \pm 5^\circ \text{C}$ trong 2 - 3 giờ. Bảo quản tinh thể trong lọ thủy tinh nâu.

Kali pemanganat, dung dịch chuẩn độ 0,05 N.

Để chuẩn bị 5 l dung dịch cần khoảng 7,90 g kali pemanganat theo lý thuyết. Đun nhẹ, hòa tan lượng cân trong khoảng 500 ml nước, để nguội rồi pha loãng đến 5 l trong chai thủy tinh nâu, đậy kín nút. Để dung dịch vào chỗ tối 6 ngày rồi lọc qua phễu lọc có màng xốp, thu dung dịch vào chai nâu khác. Bảo quản dung dịch trong chỗ tối.

Độ chuẩn của dung dịch xác định bằng 2 phương pháp: pemanganat kali và mẫu tiêu chuẩn feromangan.

Hòa tan 0,8 g kali pemanganat đã kết tinh lại trong 30 ml nước thêm 10 ml axit clohydric d 1,19 rồi đun bốc hơi đến khô. Hòa tan cạn khô trong 10 ml axit clohydric (1 + 1), chuyển dung dịch vào bình định mức dung tích 250 ml, thêm nước đến vạch, lắc đều. Dùng ống hút lấy 50 ml dung dịch vào cốc 400 ml, có chứa

sẵn 150 ml dung dịch natri photphat bão hòa 0,5 g urê, 2 ml axit sunfuric (1 + 1). Tiếp tục thực hiện như chỉ dẫn trong mục 3.

Độ chuẩn (T) của dung dịch kali pemanganat tính bằng gam mangan trên 1 mililit dung dịch theo công thức:

$$T = \frac{m \cdot 0,3476}{V}$$

trong đó:

m — khối lượng kali pemanganat, trong phần dung dịch xác định, g;

V — thể tích dung dịch chuẩn độ tiêu hao, ml;

0,3476 — hệ số chuyển kali pemanganat ra mangan.

Độ chuẩn của dung dịch chuẩn độ (T) tính bằng gam mangan trên 1 mililit dung dịch xác định bằng mẫu tiêu chuẩn feromangan thực hiện như khi phân tích mẫu theo công thức:

$$T = \frac{C \cdot m}{v \cdot 100}$$

trong đó:

C — hàm lượng mangan trong mẫu tiêu chuẩn feromangan, %;

m — khối lượng mẫu tiêu chuẩn, g;

v — thể tích dung dịch chuẩn độ tiêu hao, ml.

Cách tiến hành

Cân 0,5 g feromangan, cho vào cốc dung tích 400 ml, thêm 40 ml axit nitric (1 + 1) đậy cốc bằng mặt kính đồng hồ. Để yên cho đến hết phản ứng mạnh rồi đun nhẹ trên bếp điện 5 -- 10 phút. Thêm 25 ml axit sunfuric (1 + 4) rồi bốc hơi dung dịch đến xuất hiện khói trắng.

Nếu như mẫu không tan hoàn toàn trong axit nitric (1 + 1) thì xử lý dung dịch với cặn còn lại bằng 40 ml hỗn hợp axit clohydric và axit nitric (3 + 1). Thêm 25 ml axit sunfuric (1 + 4), bốc hơi dung dịch đến xuất hiện khói trắng.

Sau khi phân hủy mẫu, rửa mặt kính đồng hồ và thành cốc bằng nước, chuyển toàn bộ dung dịch vào bình định mức dung tích 500 ml. Để nguội, pha loãng dung dịch đến vạch bằng nước, lắc đều.

Dùng ống hút lấy 100 ml dung dịch cho vào cốc dung tích 600 ml chứa 0,5 g urê và 150 ml dung dịch natri pirophotphat, thêm vào cốc 15 giọt bromthimol xanh, vừa khuấy đều vừa cho từng giọt dung dịch natri cacbonat hay axit clohydric (1 + 1) cho đến khi xuất hiện màu xanh lá cây của chỉ thị

Khi phân tích các mẫu feromangan có hàm lượng cacbon cao, màu đỏ gạch của dung dịch sẽ ảnh hưởng đến việc quan sát sự đổi màu của chỉ thị. Trong trường hợp này nên trung hòa dung dịch bằng máy đo pH.

Sau khi trung hòa, dung dịch phải trong. Nếu như xuất hiện đục phải khuấy mạnh ít phút cho đến khi dung dịch trong suốt.

Nhúng các điện cực bạch kim và calomen vào dung dịch, chuẩn độ bằng dung dịch kali pemanganat cho đến khi bước nhảy thế ở điểm tương đương ghi nhận được bằng độ lệch tối đa kim chỉ của milivon kế.

1. Tính kết quả

1.1. Hàm lượng mangan (X) tính bằng phần trăm theo công thức:

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

trong đó:

T – độ chuẩn của dung dịch kali pemanganat 0,05 N, g/ml;

V – thể tích dung dịch chuẩn độ tiêu hao, ml;

m – khối lượng mẫu trong phần dung dịch xác định, g.

1.2. Bảng sai lệch cho phép

Hàm lượng mangan, %	Sai lệch cho phép, % (tuyệt đối)
Đến 80,0	0,40
Trên 80,0	0,50