

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 5353 : 1991

**GRAPHIT –
PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG SẮT**

Graphite – Method for the determination of iron content

HÀ NỘI – 2008

Lời nói đầu

TCVN 5353 : 1991 do Trung tâm phân tích - Viện Năng lượng nguyên tử quốc gia biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng trình duyệt, Ủy ban khoa học Nhà nước (nay là Bộ Khoa học và Công nghệ) ban hành.

Tiêu chuẩn này được chuyển đổi năm 2008 từ Tiêu chuẩn Việt Nam cùng số hiệu thành Tiêu chuẩn Quốc gia theo quy định tại khoản 1 Điều 69 của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật và điểm a khoản 1 Điều 6 Nghị định số 127/2007/NĐ-CP ngày 1/8/2007 của Chính phủ quy định chi tiết thi hành một số điều của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật.

Graphit - Phương pháp xác định hàm lượng sắt

Graphite – Method for the determination of iron content

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp thể tích và phương pháp trắc quang xác định hàm lượng sắt áp dụng cho quặng graphit, tinh quặng và các sản phẩm làm từ graphit.

1 Quy định chung

Theo TCVN 5348 : 1991.

2 Phương pháp thể tích

(Khi hàm lượng sắt trong graphit lớn hơn 1%).

2.1 Nguyên tắc

Phương pháp này dựa trên việc khử ion Fe^{3+} và Fe^{2+} bằng kali iodua và chuẩn độ lượng ion tạo thành bằng dung dịch chuẩn natri thiosunfat.

2.2 Hóa chất và dung dịch

Axit clohydric, dung dịch 1 : 1;

Kali iodua;

Kali bicromat, dung dịch 0,05 N chuẩn bị như sau: cho 1,4516 g kali bicromat (đã được tinh chế và làm khô ở nhiệt độ 180 °C đến 200 °C trong khoảng 1,5 giờ đến 2 giờ) vào cốc dung tích 500 ml, hòa tan trong 300 ml nước. Chuyển hoàn toàn dung dịch vào bình định mức dung tích 1000 ml, định mức đến vạch bằng nước cất, lắc kỹ.

TCVN 5353 : 1991

Hồ tinh bột, dung dịch 0,5 % chuẩn bị như sau: nghiền kỹ 0,5 g tinh bột, hòa tan với một ít nước lạnh, cho vào 100 ml nước sôi. Sau đó thêm 2 giọt axit clohydric và đun sôi dung dịch trong một phút, làm nguội dung dịch và để nguội một ngày đêm. Nếu dung dịch có vón cục thì phải lọc.

Natri cacbonat tinh thể, dung dịch bão hòa.

Natri thiosunfat, dung dịch 0,05 N chuẩn bị như sau: hòa tan 12,5 g natri thiosunfat vào nước, chuyển dung dịch vào bình định mức dung tích 100 ml, định mức đến vạch bằng nước, lắc kỹ. Dung dịch natri thiosunfat 0,05 N có thể chuẩn bị từ dung dịch 0,1 N (ống chuẩn).

Để xác định độ chuẩn natri thiosunfat 0,05 N dùng pipet lấy 25 ml dung dịch kali bicromat 0,05 N cho vào bình tam giác dung tích 250 ml, thêm 15 ml dung dịch axit clohydric, 2 g kali iodua và làm tiếp như đã chỉ dẫn ở 2.2.

Độ chuẩn dung dịch natri thiosunfat 0,05 N theo sắt, được tính theo công thức:

$$T = \frac{0,05 \times V \times 55,84}{V_1 \times 100}$$

trong đó:

0,05 là độ chuẩn của dung dịch kali bicromat;

V là thể tích dung dịch kali bicromat 0,05 N lấy để chuẩn độ, ml gam;

55,84 là đương lượng gam của sắt, tính bằng gam;

V_1 là thể tích dung dịch natri thiosunfat tiêu tốn để chuẩn độ,

2.3 Cách tiến hành

2.3.1 Cho một lượng mẫu khoảng 2 g đến 3 g graphit (tùy theo lượng sắt có trong mẫu) vào cốc dung tích 200 ml, thêm 15 ml axit clohydric, đậy cốc bằng nắp kính đồng hồ, đun sôi trong 1 giờ. Lấy cốc ra và lọc dung dịch qua giấy lọc băng xanh vào bình tam giác dung tích 250 ml. Rửa phần cặn bằng nước nóng đã axit hóa bằng axit clohydric.

Nhỏ từng giọt natri cacbonat bão hòa vào dung dịch đến phản ứng trung tính, sau đó thêm 1 ml axit clohydric và 2 g kali iodua. Đậy bằng nắp kính đồng hồ để tránh iot bay ra, để 10 phút trong chỗ tối để phản ứng xảy ra hoàn toàn. Chuẩn độ lượng iot tạo thành bằng dung dịch natri thiosunfat 0,05 N đến khi dung dịch có màu vàng nhạt. Sau đó thêm 2 đến 3 giọt dung dịch chuẩn độ tiếp cho đến khi dung dịch mất hoàn toàn màu xanh.

3 Phương pháp so màu

(Khi hàm lượng sắt trong graphit nhỏ hơn 1 %);

3.1 Nguyên tắc

Phương pháp dựa trên việc tạo phức màu vàng trong môi trường amoniac của hợp chất sunfo-xalisilat và đo mật độ quang của dung dịch phức đó.

3.2 Dụng cụ, hóa chất và dung dịch

Máy trắc quang;

Axit sunfuric;

Axit clohydric, dung dịch 1 : 1;

Dung dịch amoniac;

Phèn sắt amoni (sắt (III) amoni sunfat);

Dung dịch sắt chuẩn;

Dung dịch A, chuẩn bị như sau: hòa tan 0,864 g phèn sắt amoni trong nước có chứa 5 ml oxit sunfuric, chuyển dung dịch vào bình định mức dung tích 1000 ml, định mức đến vạch bằng nước, lắc đều. 1 ml dung dịch A chứa 0,1 mg sắt.

Dung dịch B, chuẩn bị như sau: dùng pipet lấy 100 ml dung dịch A cho vào bình định mức dung tích 1000 ml, định mức đến vạch bằng nước, lắc đều. 1 ml dung dịch B chứa 0,1 mg sắt.

3.3 Cách tiến hành

3.3.1 Cho 3 g graphit vào cốc dung tích 100 ml, thêm vào đó 25 ml axit clohydric, đậy cốc bằng nắp kính đồng hồ, đun sôi dung dịch trong 20 phút. Sau đó pha loãng dung dịch bằng nước và lọc dung dịch qua giấy lọc dày vào bình định mức dung tích 250 ml. Rửa phần cặn trên giấy lọc bằng nước nóng đã axit hóa bằng axit clohydric. Làm lạnh dung dịch, định mức đến vạch bằng nước và lắc kỹ. Dùng pipet lấy 2 ml đến 5 ml dung dịch cho vào bình định mức dung tích 100 ml, thêm 5 ml axit sunfoxalisilic, lắc, thêm 5 ml amoniac, thêm nước đến vạch và lắc kỹ.

Sau 10 phút đo mật độ quang trên máy trắc quang với kính lọc có $\lambda = 413 \text{ nm}$ và cuvet có chiều dày 50 mm. Dung dịch so sánh là dung dịch đã qua tất cả các giai đoạn của quá trình phân tích nhưng không có dung dịch gốc.

Theo giá trị mật độ quang của dung dịch thử, tính hàm lượng của sắt theo đồ thị chuẩn.

3.3.2 Để xây dựng đồ thị chuẩn dùng pipet lấy lần lượt vào các bình định mức dung tích 100 ml các lượng 0 ml; 2 ml; 5 ml; 10 ml; 15 ml; 20 ml và 25 ml dung dịch chuẩn B. Thêm lần lượt vào mỗi bình 1 ml dung dịch clohydric 1 : 1, 1,5 ml dung dịch axit sunfoxalisilic, lắc đều, thêm 5 ml amoniac và tiếp tục làm như đã chỉ dẫn ở 3.2.1.

TCVN 5353 : 1991

Dung dịch so sánh là dung dịch không có sắt. Để xây dựng đồ thị chuẩn, lấy giá trị trung bình các kết quả của 3 phép đo mật độ quang của mỗi dung dịch.

Theo các giá trị mật độ quang thu được tương ứng với các lượng sắt đã biết, dựng đồ thị chuẩn.

4 Tính kết quả

4.1 Hàm lượng sắt (X) được tính bằng phần trăm (theo phương pháp thể tích), theo công thức:

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

trong đó:

T là độ chuẩn của dung dịch natri thiosunfat 0,05 N theo sắt, tính bằng gam trên mililit;

V là thể tích dung dịch natri thiosunfat 0,05 N tiêu tốn cho chuẩn độ, tính bằng mililit;

m là lượng cân graphit, tính bằng gam.

4.2 Hàm lượng sắt (X_1) được tính bằng phần trăm, theo công thức:

$$X_1 = \frac{m \times V \times 100}{V_1 \times m}$$

trong đó:

T là lượng sắt tìm được theo đồ thị chuẩn, tính bằng gam;

V là thể tích dung dịch, tính bằng mililit;

V_1 là thể tích dung dịch lấy để phân tích, tính bằng mililit;

m là lượng cân graphit, tính bằng gam.

4.3 Sai lệch cho phép giữa các kết quả của các phép xác định song song không được lớn hơn giá trị trong Bảng.

Hàm lượng sắt, %	Sai lệch cho phép giữa các phép xác định song song, %
Đến 0,01	0,002
Lớn hơn 0,01 đến 0,1	0,006
Lớn hơn 0,1 đến 0,5	0,020
Lớn hơn 0,5 đến 1	0,050
Lớn hơn 1	0,100

Kết quả cuối cùng của phép thử là trung bình cộng các kết quả của hai phép xác định song song.