

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 298 : 2010

Xuất bản lần 3

**THÉP VÀ GANG - XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CACBON
TỰ DO - PHƯƠNG PHÁP PHÂN TÍCH HÓA HỌC**

Steel and iron – Determination of free carbon content –

Methods of chemical analysis

HÀ NỘI - 2010

Lời nói đầu

TCVN 298 : 2010 thay thế TCVN 298 : 1985.

TCVN 298 : 2010 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC 17
Thép biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị,
Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Thép và gang - Xác định cacbon tự do - Phương pháp phân tích hóa học

Steel and iron - Determination of free carbon content -

Methods of chemical analysis

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp đo thể tích khí xác định cacbon tự do trong thép và gang khi:

- Hàm lượng cacbon tự do đến 0,1 %: theo phương pháp đo thể tích khí dùng microburet;
- Hàm lượng cacbon tự do lớn hơn 0,1 %: theo phương pháp đo thể tích khí dùng buret lớn.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau rất cần thiết đối với việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản được nêu. Đối với tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi, bổ sung (nếu có).

TCVN 1058 : 1978 *Hoá chất – Phân nhóm và ký hiệu mức độ tinh khiết.*

TCVN 1811 : 2009 (ISO 14284 : 1996) *Thép và gang – Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu thử để xác định thành phần hóa học.*

3 Quy định chung

3.1 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu thử theo TCVN 1811 : 2009.

3.2 Tất cả các hóa chất sử dụng phải có độ tinh khiết hóa học. Trường hợp không có, cho phép dùng loại tinh khiết phân tích. Độ tinh khiết của các hóa chất, theo TCVN 1058 : 1978.

3.3 Đối với các hóa chất dạng lỏng, ví dụ axit clohidric ($\rho = 1,19$), ký hiệu ($\rho = 1,19$) để chỉ độ đậm đặc của dung dịch có khối lượng riêng bằng 1,19 g/ml ở 20 °C, ký hiệu (1 + 4) để chỉ nồng

TCVN 298 : 2010

độ dung dịch khi pha loãng: số thứ nhất là phần thể tích hóa chất đậm đặc cần lấy; số thứ hai là phần thể tích nước cần pha thêm vào.

3.4 Nồng độ phần trăm (%) để chỉ số gam hóa chất trong 100 ml dung dịch.

3.5 Nồng độ g/L để chỉ số gam hóa chất trong 1 L dung dịch.

3.6 Dùng cân có độ chính xác đến 0,1 mg.

3.7 Số chữ số sau dấu phẩy của kết quả phân tích lấy bằng số chữ số của giá trị sai lệch trong Bảng 2.

4 Bản chất phương pháp

Phương pháp dựa vào tính không tan của cacbon tự do khi phân hủy mẫu trong axit nitric loãng. Lọc, rửa, sấy rồi đốt kết tủa trong dòng khí oxy và xác định hàm lượng cacbon tự do bằng phương pháp đo thể tích khí CO₂.

5 Thiết bị, dụng cụ và thuốc thử

5.1 Thiết bị và dụng cụ

Thiết bị mô tả trong 4.2.1 và 5.2.1 của TCVN 1821 : 2009.

Dụng cụ thông thường sử dụng trong phòng thử nghiệm.

5.2 Thuốc thử

Ngoài những hoá chất trong 4.2.2 và 5.2.2 của TCVN 1821 : 2009, bổ sung thêm :

5.2.1 Axit nitric, dung dịch 2 + 3;

5.2.2 Axit flohidric, dung dịch 40%;

5.2.3 Difenylamin, dung dịch 1 % : hòa tan 1 g chỉ thị trong 100 g axit sunfuric hay axit photphoric đậm đặc;

5.2.4 Amian: cắt sợi amian thành từng đoạn khoảng 10 mm. Đun sôi với axit clohidric vài lần cho đến khi hết sắt, tức là lúc dung dịch không có màu vàng. Rửa amian bằng nước nóng, sấy rồi nung trong dòng khí oxy ở 800 °C đến 850 °C. Cần đốt kiểm tra amian trong điều kiện phân tích.

6 Cách tiến hành

Theo hàm lượng cacbon tự do trong mẫu mà chọn phương pháp xác định: phương pháp thể tích khí dùng microburet với hàm lượng đến 0,1% và phương pháp phân tích thể tích khí dùng buret lớn với hàm lượng trên 0,1%.

Bảng 1 - Khối lượng mẫu

Hàm lượng cacbon tự do, %	Khối lượng mẫu, g	Lượng dung dịch axit nitric dùng phân hủy mẫu, ml
Đến 0,05	2,0	75
Trên 0,05 đến 0,10	1,0	50
Trên 0,10 đến 0,50	2,0	75
Trên 0,50 đến 1,00	1,0	50
Trên 1,00 đến 2,00	0,5	35
Trên 2,00	Từ 0,25 đến 0,5	25

Theo hàm lượng cacbon tự do lấy khối lượng mẫu theo Bảng 1, cho vào cốc dung tích 200 ml đến 250 ml, rót lượng dung dịch axit nitric tương ứng, đẩy cốc bằng mặt kính đồng hồ. Nếu phản ứng xảy ra mạnh thì nhúng vào nước lạnh sau đó đặt cốc lên bếp cách cát.

Sau khi mẫu ngừng phân hủy, thêm 1 ml đến 2 ml axit flohidric, tiếp tục đun sôi trên bếp cách cát khoảng 5 min để loại axit silixic.

Trong phân hủy mẫu, nếu dung dịch cạn đi thì thêm nước nóng vào để giữ bằng thể tích ban đầu. Sau khi mẫu tan, pha loãng 2 lần bằng nước cất. Lọc dung dịch ở 50 °C qua lớp amian trong phễu lọc sứ hay thủy tinh có màng xốp nối với thiết bị tạo chân không.

Rửa kết tủa nhiều lần bằng nước nóng, sau đó rửa 3 đến 4 lần bằng axit clohidric 1 + 3 và cuối cùng lại rửa bằng nước nóng đến hết ion clo.

Dùng kẹp chuyển toàn bộ amian cùng kết tủa sang thuyền sứ, sấy khô ở 105 °C đến 110 °C trong khoảng 30 min đến 40 min. Đưa thuyền sứ vào chỗ nóng nhất của ống sứ đã được đốt nóng tới 1000 °C đến 1150 °C. Tiếp tục thao tác như 4.3.2 của TCVN 1821 : 2009.

Đốt cacbon tự do ở nhiệt độ này không cần chất chảy.

7 Tính kết quả

Hàm lượng cacbon tự do (C) tính bằng phần trăm (%) theo công thức:

$$C = \frac{(V_1 - V_0) \cdot K}{m} \times 100$$

TCVN 298 : 2010

Trong đó:

V_1 là hiệu số chỉ trên thang đo sau và trước khi hấp thụ khí cacbonic của mẫu phân tích;

V_0 là hiệu số chỉ trên thang đo sau và trước khi hấp thụ khí cacbonic của thí nghiệm kiểm tra;

m là khối lượng mẫu, tính bằng gam (g);

K là hệ số hiệu chỉnh theo nhiệt độ và áp suất phụ thuộc vào nhiệt độ kiểm định của buret đo khí, tra cứu ở Bảng 4, 5 TCVN 1821 : 2009.

8 Xử lý kết quả

Sai lệch cho phép giữa các kết quả xác định song song không được lớn hơn giá trị sai lệch cho phép nêu ở Bảng 2. Nếu sai lệch lớn hơn thì phải xác định lại. Kết quả cuối cùng là trung bình cộng của ba kết quả xác định song song.

Bảng 2 – Sai lệch cho phép

Hàm lượng cacbon tự do, %	Sai lệch cho phép, % (tuyệt đối)
Từ 0,01 đến 0,02	0,005
Trên 0,02 đến 0,08	0,010
Trên 0,08 đến 0,20	0,020
Trên 0,20 đến 0,50	0,030
Trên 0,50 đến 1,00	0,040
Trên 1,00 đến 2,50	0,050
Trên 2,50 đến 5,00	0,100