

Thép và gang – Xác định hàm lượng silic

Phương pháp phân tích hóa học

Steel and iron – Determination of silicon content – Methods of chemical analysis

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp phân tích hoá học để xác định hàm lượng silic (Si) trong thép và gang:

- Theo phương pháp khối lượng pecloric đối với các loại thép và gang có hàm lượng vonfram nhỏ hơn 1 %;
- Theo phương pháp khối lượng clohidric đối với các loại thép và gang có hàm lượng vonfram lớn hơn 1 % và gang thép chứa niobi, molipđen, tantan.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau 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 Qui 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.

TCVN 1814 : 2009

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 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 cho phép trong Bảng 2.

3.8 Xác định hàm lượng silic trên ba mẫu và một hoặc hai thí nghiệm trắng để hiệu chỉnh kết quả.

4 Phương pháp khối lượng

4.1 Nguyên tắc

Hòa tan mẫu trong axit nitric hoặc hỗn hợp axit nitric-clohidric, cô axit silic từ dung dịch với axit pecloric. Xác định silic ở dạng silic dioxyt.

4.2 Thiết bị và thuốc thử

4.2.1 Thiết bị

Dụng cụ thông thường sử dụng trong phòng thử nghiệm.

4.2.2 Thuốc thử

Axit pecloric, dung dịch (60 – 70) %;

Axit nitric ($\rho = 1,40$); dung dịch (3 : 5);

Axit clohidric ($\rho = 1,19$); dung dịch (1 : 10);

Axit sunfuric ($\rho = 1,84$), dung dịch (1 : 3);

Axit flohidric, dung dịch 40 %;

Kali sunfoxianua, dung dịch 5%;

Kali natri cacbonat;

Nước dùng cho quá trình phân tích là nước cất.

4.3 Cách tiến hành

4.3.1 Gang thép không chứa molipđen, niobi, tantan

Lấy khối lượng mẫu theo Bảng 1 cho vào cốc dung tích 400 ml. Hòa tan mẫu bằng 40 ml axit nitric ($\rho = 1,40$) đầy cốc bằng mặt kính đồng hồ (nếu mẫu khó tan, tiếp tục đun thêm 10 ml đến 15 ml axit clohidric ($\rho = 1,19$)). Sau khi mẫu tan, lấy mặt kính đồng hồ ra, cho vào cốc 20 ml đến 50 ml axit pecloric; cô dung dịch đến xuất hiện khói trắng (khi phân tích những loại gang thép chứa trên 1 % silic thì cô dung dịch với axit pecloric hai lần). Đậy cốc bằng mặt kính đồng hồ, đun tiếp 15 min đến 20 min để axit pecloric đọng lại chảy xuống theo thành cốc. Để nguội, cho vào cốc 125 ml nước nóng, khuấy đều đến tan muối.

Lọc ngay kết tủa qua giấy lọc định lượng cháy vừa. Rửa kết tủa và giấy lọc bằng dung dịch axit clohidric nóng (1 : 10) đến hết sắt (thử bằng dung dịch kali thyoxymat); rửa lại bằng nước nóng. Cho kết tủa và giấy lọc vào chén cân platin; sấy khô. Cẩn thận đốt cháy giấy lọc, nung ở nhiệt độ 1000 °C đến 1100 °C trong 30 min. Lấy ra, để nguội trong bình hút ẩm, cân.

Tắm ướt kết tủa bằng 3 đến 5 giọt axit sunfuric (1 : 3), thêm 1 ml đến 5 ml axit flohidric; cô đến hết khói trắng của lưu huỳnh trioxyt, nung lại ở nhiệt độ 1000 °C đến 1100 °C đến khối lượng không đổi, cân.

Bảng 1 - Khối lượng mẫu

Hàm lượng silic, %	Khối lượng mẫu, g
Đến 0,2	5
Trên 0,2 đến 0,5	3
Trên 0,5 đến 1,0	2
Trên 1,0	1

4.3.2 Gang thép chứa hàm lượng vonfram thấp

Tiến hành phân tích theo 4.3.1 đến khi thu được kết quả nung lần đầu. Tiến hành nung lần thứ hai, sau khi cô với axit flohidric đến hết khói trắng, ở nhiệt độ không quá 800 °C.

4.3.3 Gang thép chứa niobi, titan, tantan

Tiến hành phân tích theo 4.3.1, đến khi thu được kết quả nung lần đầu. Sau đó tắm ướt kết tủa nhận được bằng 1 ml đến 2 ml axit sunfuric (1 : 3); thêm 1 ml đến 5 ml axit flohidric, cô đến hết khói trắng của lưu huỳnh trioxyt. Nung lại ở nhiệt độ 1000 °C đến 1100 °C đến khối lượng không đổi, cân.

4.3.4 Gang thép chứa hàm lượng vonfram cao, đồng thời chứa zircon, titan, nhôm.

Tiến hành phân tích theo 4.3.1, đến khi thu được kết quả nung lần đầu. Trộn đều kết tủa với 10 phần kali-natri cacbonat; phủ thêm một lớp lên trên. Đậy nắp chén, đưa vào lò nung. Lúc đầu nung ở nhiệt độ thấp, sau từ từ nâng nhiệt độ lên nóng đỏ; nung ở nhiệt độ này 5 min. Lấy ra, để nguội. Chuyển chén vào cốc dung tích 600 ml có chứa sẵn 200 ml nước; đậy cốc

TCVN 1814 : 2009

bằng mặt kính đồng hồ. Cần thận thêm axit clohidric ($\rho = 1,19$) đến có phản ứng axit. Rửa chén và nắp, lấy ra khỏi cốc, cô dung dịch đến khô, tiếp tục cô khô ở $135\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong 1 h. Làm nguội cốc, tắm ướt muối bằng 20 ml axit clohidric ($\rho = 1,19$); thêm 60 ml nước nóng, đun đến tan muối lọc; lọc. Rửa kết tủa vài lần bằng axit clohidric (1 : 10) và ba lần bằng nước nóng. Chuyển kết tủa và giấy lọc vào chén cân platin, giữ lại. Dung dịch lọc thu được đem cô khô, tiến hành hòa tan muối, lọc rửa như phần trên. Gộp chung giấy lọc và kết tủa thu được vào chén cân platin trên. Cần thận đốt cháy giấy lọc, nung, cân và cô đuổi silic dioxyt bằng axit sunfuric và axit flohidric theo 4.3.1. Nung lại lần thứ hai ở nhiệt độ không quá $800\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Khi tiến hành phân tích không dùng các dụng cụ thủy tinh mới.

5 Phương pháp khối lượng clohidric

5.1 Nguyên tắc

Hòa tan mẫu trong axit clohidric. Cô dung dịch đến khô; tiếp tục cô khô ở nhiệt độ $135\text{ }^{\circ}\text{C}$. Xác định silic trong dạng silic dioxit.

5.2 Thiết bị và thuốc thử

5.2.1 Thiết bị

Tủ sấy và các dụng cụ thông thường sử dụng trong phòng thử nghiệm.

5.2.2 Thuốc thử

Axit clohidric ($\rho = 1,19$); dung dịch (1 : 1) và (1 : 10);

Axit nitric ($\rho = 1,40$);

Axit sunfuric ($\rho = 1,84$), dung dịch (1 : 3) ;

Axit flohidric, dung dịch 40%;

Kali sunfoxianua, dung dịch 5 %;

Kali-natri cacbonat;

Nước dùng cho quá trình phân tích là nước cất.

5.3 Cách tiến hành

Lấy khối lượng mẫu theo Bảng 1, cho vào cốc dung tích 400 ml. Đun nóng hòa tan mẫu trong 30 ml axit clohidric ($\rho = 1,19$). (Trường hợp mẫu khó tan, cho thêm một lượng axit clohidric đến bằng thể tích ban đầu). Cô dung dịch đến khô, tiếp tục cô thêm 1 h ở nhiệt độ $135\text{ }^{\circ}\text{C}$. Làm nguội cốc, thêm 60 ml axit clohidric (1 : 1); đun nóng. Axit hóa dung dịch bằng từng giọt axit nitric đến ngừng phản ứng và xuất hiện kết tủa axit vonframíc màu vàng; cho dư 0,5 ml axit nitric. Đun nóng dung dịch đến có dạng sirô và xuất hiện muối. Pha loãng dung dịch bằng nước

nóng đến thể tích 300 ml, khuấy đều. Lọc kết tủa silic qua giấy lọc định lượng chảy trung bình; thu dung dịch lọc vào cốc dung tích 600 ml; cọ rửa kết tủa silic bám trên thành cốc bằng đĩa thủy tinh đầu bọc cao su. Tráng cốc, rửa kết tủa và giấy lọc bằng axit clohidric (1 : 10) đến hết phản ứng sắt (thử bằng kali sunfoxianua). Cho kết tủa và giấy lọc vào chén cân platin, giữ lại. Dung dịch lọc thu được cho vào bát sứ, cô đến khô. Tẩm ướt cạn khô bằng axit clohidric ($\rho = 1,19$), tiếp tục cô khô ở nhiệt độ 135 °C trong 1 h. Làm nguội bát, thêm 20 ml axit clohidric ($\rho = 1,19$); đun nóng đến tan muối. Pha loãng dung dịch bằng nước đến thể tích 100 ml; lọc ngay kết tủa qua giấy lọc định lượng chảy trung bình; tiếp tục tiến hành như phần trên.

Gộp chung giấy lọc và kết tủa vào chén cân platin ở trên, sấy khô. Cẩn thận đốt cháy giấy lọc, nung ở nhiệt độ 1000 °C đến 1100 °C đến khi tách hoàn toàn molipden oxit, cân.

Tẩm ướt kết tủa bằng 3 giọt đến 5 giọt axit sunfuric (1 : 3) và 5 ml axit flohidric; cô đến hết khói trắng của lưu huỳnh trioxit. Nung kết tủa ở nhiệt độ không quá 800 °C.

Trường hợp kết tủa có màu xanh lá mạ chứng tỏ có vonfram hóa trị thấp, trộn đều kết tủa bằng đĩa hoặc sợi dây platin để oxy hóa vonfram từ hóa trị thấp lên hóa trị cao. Nếu kết tủa không chuyển sang màu vàng thì chứng tỏ trong kết tủa có vanadi (V) hoặc cacbua. Nung chảy kết tủa với kali-natri cacbonat, sau đó tiến hành tách kết tủa silic theo 4.3.4.

Khi tiến hành phân tích không dùng các dụng cụ thủy tinh mới.

6 Cách tính kết quả

Hàm lượng silic (Si) trong mẫu tính bằng phần trăm (%), theo công thức:

$$Si = \frac{(m_1 - m_2) \times 0,4675}{m} \times 100$$

Trong đó:

m_1 là khối lượng kết tủa silic dioxit và tạp chất, tính bằng gam (g);

m_2 là khối lượng tạp chất, tính bằng gam (g);

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

0,4675 là hệ số chuyển từ silic dioxit sang silic.

7 Xử lý kết quả

Sai lệch giữa các kết quả xác định song song không được lớn hơn giá trị sai lệch cho phép nêu ở Bảng 2. Nếu lớn hơn 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 silic, %	Sai lệch cho phép, % (tuyệt đối)
Đến 0,10	0,020
Trên 0,10 đến 0,20	0,026
Trên 0,20 đến 0,50	0,035
Trên 0,50 đến 1,00	0,050
Trên 1,00 đến 4,00	0,10
Trên 4,00	0,15
