

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 4150 : 2009

ISO 4158 : 1978

Xuất bản lần 2

**FEROSILIC, FEROSILICOMANGAN
VÀ FEROSILICOCROM – XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG SILIC –
PHƯƠNG PHÁP TRỌNG LƯỢNG**

*Ferrosilicon, ferrosilicomanganese and ferrosilicocromium –
Determination of silicon content – Gravimetric method*

HÀ NỘI – 2009

Lời nói đầu

TCVN 4150 : 2009 thế TCVN 4150 : 1993.

TCVN 4150 : 2009 hoàn toàn tương với ISO 4158 : 1978.

TCVN 4150 : 2009 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC 132 *Fero* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Ferrosilic, ferrosilicomangan và ferrosilicocrom –

Xác định hàm lượng silic – Phương pháp trọng lượng

Ferrosilicon, ferrosilicomanganese and ferrosilicocromium –

Determination of silicon content – Gravimetric method

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp trọng lượng để xác định hàm lượng silic của ferrosilic, ferrosilicomangan và ferrosilicocrom.

Phương pháp này áp dụng cho các hợp kim có chứa từ 8 % đến 95 % (theo khối lượng) silic.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau rất cần thiết cho 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 các 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).

ISO 3713, *Ferrous alloys – Sampling and preparation of samples – General rules* (Hợp kim ferro – Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu thử – Quy tắc chung).

3 Nguyên lý

Chuyển silic trong mẫu thử thành silicat bằng sự oxy hoá nóng chảy với natri peroxit và tiếp tục với axit.

Loại bỏ nước của silicat bằng cách bay hơi trong môi trường axit pecloric, và cân silic oxit cùng tạp chất.

Làm bay hơi silic oxit với hỗn hợp oxit hydro florid-sulfuric của silic oxit, cân bã và xác định silic oxit tinh khiết bằng hiệu số hai lần cân.

TCVN 4150 : 2009

4 Thuốc thử

Trong quá trình phân tích, chỉ sử dụng các thuốc thử loại phân tích đã được công nhận và chỉ sử dụng nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

- 4.1 Natri peroxit.
- 4.2 Natri cacbonat (khan).
- 4.3 Dung dịch amoniac, $\rho = 0,91$ g/ml.
- 4.4 Axit pecloric¹⁾, $\rho = 1,61$ g/ml.
- 4.5 Axit flohydric, $\rho = 1,14$ g/ml.
- 4.6 Axit clohydric, $\rho = 1,19$ g/ml.
- 4.7 Axit sunfuric, $\rho = 1,83$ g/ml.
- 4.8 Axit clohydric, $\rho = 1,19$ g/ml, được pha loãng 1 : 9.
- 4.9 Axit sunfuric, $\rho = 1,83$ g/ml, được pha loãng 1 : 1.
- 4.10 Bạc nitrat, dung dịch 10 g/l.

5 Thiết bị, dụng cụ

Thiết bị, dụng cụ thông thường trong phòng thí nghiệm:

- 5.1 Chén nung có dung tích 40 ml bằng sứ không chứa silic, cacbon thủy tinh, niken hoặc zirconi.
- 5.2 Cốc có mỏ để hoà tan chất nóng chảy, được chế tạo bằng polytetrafluoroetylen, thép không gỉ hoặc niken có độ tinh khiết cao.
- 5.3 Đĩa platin, có dung tích 40 ml.
- 5.4 Phễu thủy tinh gọn sóng, đường kính 75 mm.
- 5.5 Cốc có mỏ bằng thủy tinh, có dung tích 600 ml hoặc 800 ml.
- 5.6 Lò múp.
- 5.7 Tủ sấy.

6 Mẫu thử

Sử dụng bột lọt qua được sàng có cỡ lỗ 160 μm , được chuẩn bị phù hợp với ISO 3713.

¹⁾ Cần quan tâm đến mối nguy hiểm liên quan đến axit pecloric khi được nung nóng tới khi bốc khói.

7 Cách tiến hành

7.1 Phần mẫu thử

Đối với các hàm lượng silic nhỏ hơn hoặc bằng 50 % (theo khối lượng), lấy một phần mẫu thử 0,500 g \pm 0,0002 g.

CHÚ THÍCH: Đối với các hàm lượng silic nhỏ hơn 25 % (theo khối lượng), có thể sử dụng một phần mẫu thử 1 g. Đối với các hàm lượng silic lớn hơn 50 % (theo khối lượng), lấy một phần mẫu thử 0,250 g \pm 0,0002 g.

7.2 Thử mẫu trắng

Thực hiện một phép thử mẫu trắng song song với việc xác định, theo cùng một qui trình và sử dụng cùng lượng thuốc thử như nhau.

7.3 Xác định

7.3.1 Cho phần mẫu thử (7.1) vào chén nung (5.1) có chứa 10 g đến 12 g natri peroxit (4.1). Trộn cẩn thận và sau đó, để ngăn ngừa bất cứ sự mất mát nào của phần mẫu thử, bao phủ bằng 3 g natri peroxit (4.1) hoặc 3 g natri cacbonat (4.2).

Đun nóng chén có chứa phần mẫu thử và chất trợ dung trên bếp gia nhiệt ở 350 °C đến 400 °C tới khi chất nấu chảy đen lại.

Giữ chén bằng kim, xoay chén trên ngọn lửa, trước tiên nung nóng từ từ để tránh sự bùng cháy, sau đó nung nóng với cường độ lớn hơn tới khi hoàn thành phản ứng. Duy trì sản phẩm nóng chảy ở màu nhiệt nung nóng đỏ trong khoảng 5 min. Làm nguội chén.

7.3.2 Hoà tan chất nấu chảy như quy định trong 7.3.2.1 hoặc 7.3.2.2.

7.3.2.1 Phương án lựa chọn I

Đặt chén nung trong một cốc có mỏ (5.2) có chứa 200 ml nước. Đậy chén bằng một mặt kính đồng hồ. Khi sự sủi bọt dừng lại, lấy chén ra và rửa chén bằng nước nóng, thu gom các chất được rửa trong cùng một cốc có mỏ. Cho dung dịch kiềm vào một cốc có mỏ bằng thủy tinh (5.5) có chứa 30 ml axit clohydric (4.6). Khuấy để trộn đều dung dịch, đợi cho muối hoà tan và thêm 100 ml axit peloric (4.4).

Tiến hành như quy định trong 7.3.3.

7.3.2.2 Phương án lựa chọn II

Đậy nắp chén và gõ nhẹ chén trên một bề mặt cứng để làm cho chất đóng kết long ra. Cho chất đóng kết này vào một cốc có mỏ sạch bằng thủy tinh (5.5) có chứa 100 ml axit peloric. Cho nước nóng vào chén nung và sau khi sự sủi bọt trong cốc có mỏ dừng lại thì cho các chất chứa trong chén vào cốc.

TCVN 4150 : 2009

Chuyển tất cả chất cặn trong chén nung sang cốc có mỏ bằng que khuấy có bít cao su ở đầu cùng với một lượng nước tối thiểu. Bổ sung thêm 30 ml axit clohydric (4.6).

Tiến hành như quy định trong 7.3.3.

7.3.3 Đặt cốc có mỏ trên bếp gia nhiệt với cường độ lớn tới khi khói trắng pecloric toả ra. Tiếp tục đốt nóng tới khi chất cặn của khói bắt đầu kết tinh và thu được một thứ bột nhão đặc sệt. Lấy cốc có mỏ ra khỏi bếp gia nhiệt và để nguội. Thêm 20 ml axit clohydric (4.6) được đưa dần dần vào thành cốc và thêm một vài mililit nước nóng. Khuấy và pha loãng với 250 ml nước sôi. Trộn đều và để lắng.

Lọc silic oxit trên giấy lọc không tro phẳng 125 mm được đặt trên phễu thủy tinh có rãnh (5.4). Thu phần kết tủa. Rửa cốc có mỏ bằng nước ấm với que khuấy có đầu bít cao su. Rửa giấy lọc bằng axit clohydric (4.8) ấm tới khi màu vàng của muối sắt biến mất, rồi rửa lần cuối nhiều lần bằng nước nóng tới khi hết ion clorua, kiểm tra bằng phép thử vết với dung dịch bạc nitrat (4.10)]. Giấy lọc phải được rửa kỹ lưỡng để tẩy sạch vết axit pecloric, vì nó có thể gây ra cháy trong quá trình đốt. Chuyển nước và các chất được rửa vào cốc có mỏ dùng để khử nước ban đầu. Cho bay hơi đến thể tích khoảng 250 ml. Thêm 20 ml axit pecloric (4.4) và thực hiện sự khử nước lần thứ hai như quy định trong đoạn đầu tiên của 7.3. Tiếp tục lọc (dùng giấy lọc mới) và rửa kết tủa như trước đây nhưng tiến hành rửa lần cuối với nước lạnh thay cho nước nóng.

7.3.4 Đặt hai giấy lọc có chứa các chất kết tủa silic oxit trên đĩa platin (5.3). Thêm 4 giọt dung dịch amoniac (4.3) vào các giấy lọc²⁾. Sấy khô để khử hơi ẩm còn dư và đốt trong lò múp (5.6), ban đầu là ở nhiệt độ tối đa 400 °C. Làm nguội. Thêm 1 ml axit sunfuric (4.9). Cho bay hơi để làm khô tới khi khói sunfuric ngừng toả ra và sau đó nung ở 1100 °C tới khi khối lượng không thay đổi. Làm nguội trong một tủ sấy và cân đĩa có chứa silic oxit không tinh khiết.

7.3.5 Làm ẩm silic oxit không tinh khiết bằng vài giọt nước. Thêm khoảng 10 ml axit flohydric (4.5) và 2 giọt đến 3 giọt axit sunfuric (4.7). Cho bay hơi để làm khô tới khi khói sunfuric ngừng toả ra. Tiến hành cho bay hơi lần thứ hai trong cùng một điều kiện nhưng giảm lượng axit flohydric xuống 2 ml.

Nung trong lò múp (5.6) ở 1100 °C tới khi khối lượng không thay đổi. Cho nguội trong một tủ sấy và cân đĩa có chứa các tạp chất.

²⁾ Thao tác này giảm mỗi nguy hiểm của các peclorat dễ bay hơi khi nỏ cho một số silic oxit từ chén nung.

8 Tính toán kết quả

Hàm lượng silic, tính bằng phần trăm theo khối lượng của mẫu thử được xác định theo công thức:

$$\begin{aligned} & [(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)] \times 0,4674 \times \frac{100}{m_0} \\ & = \frac{46,74(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)}{m_0} \end{aligned}$$

trong đó

m_0 là khối lượng, tính bằng gam, của phần mẫu thử (7.1);

m_1 là khối lượng, tính bằng gam, của đĩa và silic oxit chưa sạch thu được trong việc xác định (7.3.4);

m_2 là khối lượng, tính bằng gam, của đĩa và các tạp chất thu được trong việc xác định (7.3.5);

m_3 là khối lượng, tính bằng gam, của đĩa và silic không tinh khiết thu được trong phép thử mẫu trắng;

m_4 là khối lượng, tính bằng gam, của đĩa và tạp chất thu được trong phép thử mẫu trắng;

0,4674 là hệ số chuyển đổi từ silic oxit sang silic.

9 Độ lặp lại

Kinh nghiệm đã chỉ ra rằng các giới hạn độ tin cậy 95 % đối với một người làm thí nghiệm có kinh nghiệm là:

$\pm 0,30$ % đối với hàm lượng silic vượt quá 50 % (theo khối lượng);

$\pm 0,20$ đối với hàm lượng silic nhỏ hơn 50 % (theo khối lượng).

10 Báo cáo thử

Báo cáo thử phải bao gồm các thông tin sau:

- Tham chiếu phương pháp được sử dụng;
- Kết quả và phương pháp biểu thị kết quả được sử dụng;
- Bất cứ các đặc tính không bình thường nào được ghi lại trong quá trình xác định;
- Bất cứ thao tác nào không được quy định trong tiêu chuẩn này hoặc được lựa chọn.