

TCVN 7948 : 2008

Xuất bản lần 1

**VẬT LIỆU CHỊU LỬA MANHÊDI – CACBON –
PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CACBON TỔNG**

Magnesia – Carbon Refractories – Determination of total carbon content

HÀ NỘI - 2008

Lời nói đầu

TCVN 7948 : 2008 do Viện Vật liệu xây dựng – Bộ Xây dựng biên soạn, Bộ Xây dựng đề nghị, Tổng cục Tiêu chuẩn, Đo lường, Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Vật liệu chịu lửa Manhêdi – Cacbon

Phương pháp xác định hàm lượng cacbon tổng

Magnesia – Carbon refractories – Determination of total carbon content

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng cacbon tổng trong vật liệu chịu lửa Manhêdi – Cacbon.

Tiêu chuẩn này có thể áp dụng cho vật liệu chịu lửa Alumin – cacbon, Đôlômi – cacbon theo TCVN 5441 : 2004.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau đây là cần thiết khi áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng 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 phiên bản sửa đổi (nếu có).

TCVN 5441 : 2004 Vật liệu chịu lửa - Phân loại.

TCVN 7190 : 2002 Vật liệu chịu lửa - Phương pháp lấy mẫu.

3 Quy định chung

3.1 Thiết bị sử dụng để phân tích phải có đầy đủ các giấy chứng nhận có hiệu lực về mức độ chính xác do các cơ quan có thẩm quyền cấp và phải được kiểm tra định kỳ theo quy định hoặc khuyến cáo của nhà sản xuất.

3.2 Chỉ tiêu phân tích được tiến hành trên hai lượng cân của mẫu thử và hai thí nghiệm trắng (bao gồm các lượng hoá chất thuốc thử và cách tiến hành đã nêu trong tiêu chuẩn, nhưng không có mẫu thử) để hiệu chỉnh kết quả.

TCVN 7948 : 2008

3.3 Biểu thị kết quả phân tích.

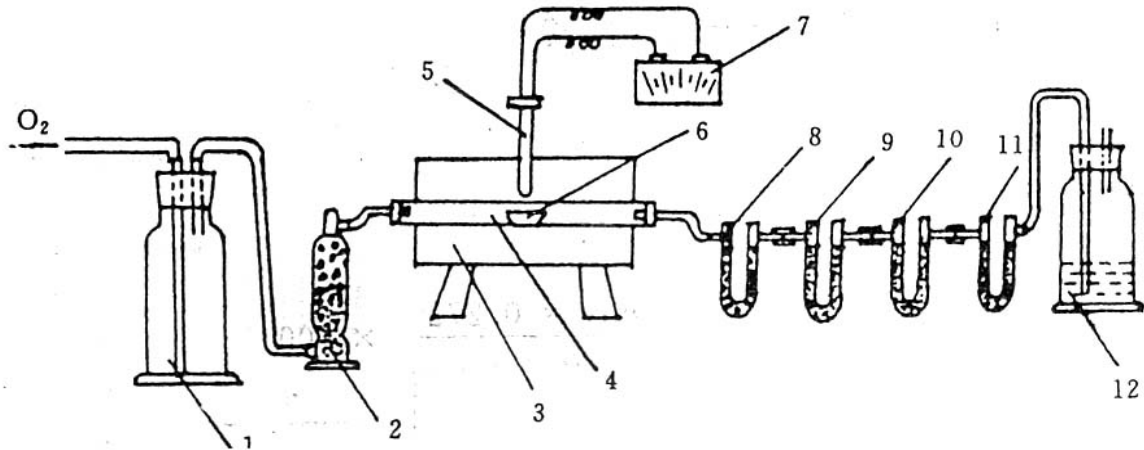
- Kết quả phân tích là giá trị trung bình cộng của hai lần thí nghiệm liên tiếp, tính bằng phần trăm (%), lấy hai chữ số có nghĩa sau dấu phẩy.
- Chênh lệch giữa hai kết quả xác định không được vượt quá giới hạn cho phép, nếu vượt giới hạn cho phép phải tiến hành phân tích lại.

4 Hoá chất, thuốc thử

- 4.1** Chất hấp thụ cacbon đioxit: Amiăng tẩm kiềm (NaOH) với kích thước hạt từ 0,6 mm đến 1,2 mm.
- 4.2** Chất hấp thụ nước: Magie perchlorat khan ($Mg(ClO_4)_2$) kích thước hạt từ 0,6 mm đến 1,2 mm.
- 4.3** Chất xúc tác: Đồng oxit (CuO), dạng bột.
- 4.4** Mẫu chuẩn: Wolfram cacbua chứa 6,1 % cacbon, Silic cacbua SiC chứa 29,43 % cacbon.
- 4.5** Axit sulfuric đặc, $d = 1,84$ g/ml
- 4.7** Oxy tinh khiết, 99,5 %
- 4.6** Mỡ chân không.

5 Dụng cụ, thiết bị

- 5.1.** Cân phân tích có độ chính xác 0,0001 g.
- 5.2.** Chày, cối bằng kim loại (đồng, sắt...).
- 5.3.** Chày, cối mã nã
- 5.4.** Sàng có kích thước lỗ: 0,063 mm; 0,10 mm; 0,20 mm.
- 5.5.** Tủ sấy đạt nhiệt độ $300\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$, có bộ phận điều chỉnh nhiệt độ.
- 5.6.** Thiết bị phân tích cacbon theo phương pháp đốt cháy – khối lượng.

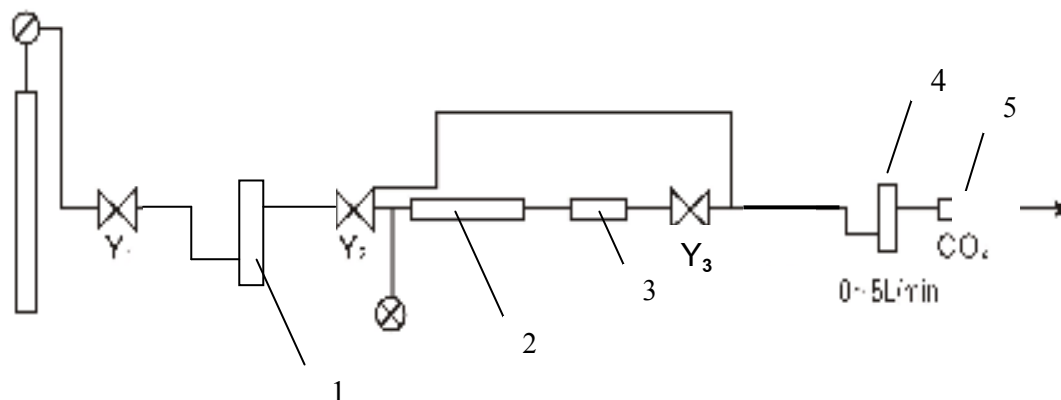


CHÚ DẪN

- | | |
|---|--|
| 1 Bình giảm áp | 7 Đồng hồ; |
| 2 Hệ thống làm sạch có chứa amiăng kiềm và magiê perclorat, theo tỷ lệ (1:1), sử dụng mỡ chân không để gắn kín; | 8 Ống khử nước; |
| 3 Lò nhiệt độ cao kiểu ống, đạt nhiệt độ $1300\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$, có bộ phận điều khiển; | 9;10 Hệ thống hấp thu CO_2 (kích thước $100\text{ mm} \times 13\text{ mm}$, có nút thủy tinh mài) chứa chất hấp thu (amiăng kiềm; magiê perclorat và hỗn hợp hai loại này theo tỷ lệ (1:1)); các ống nhánh; các ống nối kích thước $6\text{ mm} \times 9\text{ mm}$; $5\text{ mm} \times 7\text{ mm}$ và $4\text{ mm} \times 6\text{ mm}$; |
| 4 Ống sứ kích thước chiều dài 800 mm , đường kính ngoài 25 mm , đường kính trong 20 mm ; | 11 Ống bảo vệ; |
| 5 Cặp nhiệt điện; | 12 Bình axit sulfuric. |
| 6 Thuyền sứ kích thước $88\text{ mm} \times 13\text{ mm}$; | |

Hình 1 - Sơ đồ thiết bị phân tích cacbon theo phương pháp đốt cháy – khối lượng

5.7 Thiết bị phân tích cacbon theo phương pháp đốt cháy – hấp thụ hồng ngoại



CHÚ DẪN

- | | |
|--|---------------------------------|
| * Y_1 ; Y_2 ; Y_3 các van giảm áp, van điều khiển và van | 3 Hệ thống lọc bụi và hơi nước. |
|--|---------------------------------|

TCVN 7948 : 2008

thải khí.

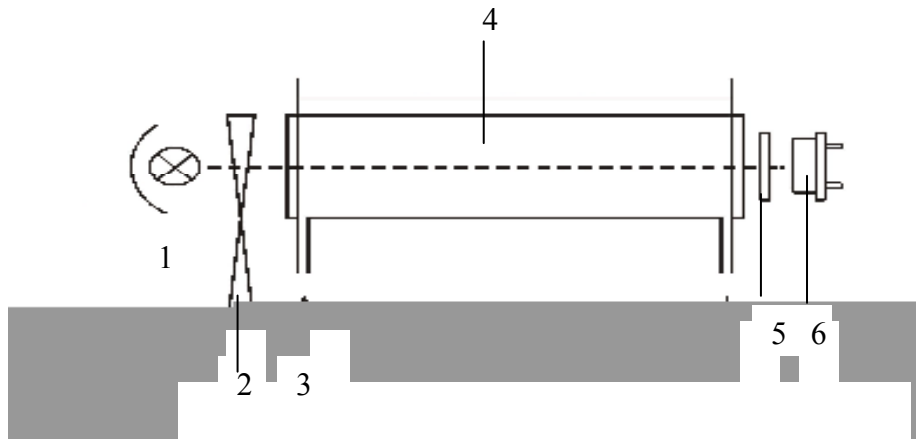
1 Hệ thống làm sạch có chứa amiăng kiềm và magiê perclorat, theo tỷ lệ (11), sử dụng mỡ chân không để gắn kín.

2 Hệ thống đốt.

4 Lưu lượng kế

5 Hệ thống hấp thụ hồng ngoại

Hình 2 – Sơ đồ thiết bị phân tích cacbon theo phương pháp đốt cháy – hấp thụ hồng ngoại



CHÚ DẪN

1 Nguồn sáng

2 Kính lọc

3 Cửa hồng ngoại

4 Ống hấp thụ

5 Bản lọc quang

6 Detector

Hình 3 - Sơ đồ nguyên tắc hệ thống hấp thụ hồng ngoại

6 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu thử

6.1 Lấy mẫu

Mẫu vật đem phân tích được lấy theo TCVN 7190 : 2002.

6.2 Chuẩn bị mẫu thử

Trộn đều mẫu thử, dùng phương pháp chia tư lấy khoảng 100 g, nghiền nhỏ đến lọt hết qua sàng 0,20 mm. Dùng phương pháp chia tư lấy khoảng 50 g, tiếp tục nghiền nhỏ đến lọt hết qua sàng 0,10 mm (khi gia công mẫu thử, nếu dùng dụng cụ bằng thép, phải dùng nam châm để loại sắt lẫn vào mẫu). Dùng phương pháp chia tư lấy khoảng từ 15 g đến 20 g, nghiền mịn trên cối mã não đến lọt hết qua sàng 0,063 mm làm mẫu phân tích hoá học, phần còn lại bảo quản làm mẫu lưu. Mẫu để phân tích được sấy ở nhiệt độ $105 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5 \text{ }^{\circ}\text{C}$ đến khối lượng không đổi.

7 Nguyên tắc chung

Đốt cháy mẫu thử cùng với chất xúc tác ở nhiệt độ cao trong môi trường oxy để chuyển hoá toàn bộ lượng cacbon thành CO₂, sử dụng chất hấp thụ (amiăng kiềm) hoặc dựa vào tín hiệu hấp thụ hồng ngoại tại bước sóng 4,26 μm của CO₂ để xác định hàm lượng cacbon tổng.

8 Phương pháp đốt cháy – khối lượng

8.1 Cách tiến hành

Kiểm tra nguồn điện và nguồn khí oxy cấp cho thiết bị. Liên kết và làm kín các hệ thống theo hướng dẫn đi kèm của thiết bị. Thông oxy để loại trừ không khí trong khoảng thời gian 5 min. Nâng nhiệt độ lò lên đến 1200 °C, đồng thời duy trì cấp oxy theo tốc độ hướng dẫn của thiết bị. Sau khi đạt nhiệt độ, tiếp tục cung cấp oxi thêm khoảng 40 min nữa. Đóng nguồn cấp oxy và đóng toàn bộ các ống nối. Lấy các ống hấp thụ (9 và 10 trong Hình 1) ra và dùng vải lụa lau sạch. Sấy các ống hấp thụ trong tủ sấy đến khối lượng không đổi rồi làm nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng và cân. Lặp lại thí nghiệm cho đến khi chênh lệch của hai lần cân liên tiếp không vượt quá 0,2 mg (m₂).

Cân 0,1 g mẫu thử vào thuyền sứ. Thêm tiếp khoảng 1,5 g đồng oxit (4.3), phủ đều lên mẫu và đưa thuyền vào phần chính giữa của ống sứ (Hình 1). Làm kín toàn bộ hệ thống đốt và mở thông các ống nối với ống hấp thụ. Trong quá trình nung đốt, chú ý phải duy trì tốc độ cấp oxi theo hướng dẫn của thiết bị. Sau khi mẫu được nung đốt phân huỷ hoàn toàn, tiếp tục cung cấp oxi thêm khoảng 40 phút nữa để đảm bảo toàn bộ lượng CO₂ được đưa đến đến các ống hấp thụ. Đóng kín nguồn cấp oxi và các ống nối. Lấy ống hấp thụ (9 và 10 trong Hình 1) ra và dùng vải lụa lau sạch. Sấy các ống hấp thụ trong tủ sấy đến khối lượng không đổi rồi làm nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng và cân (m₁).

8.2 Tính kết quả

Hàm lượng cacbon tổng (C) có trong mẫu, tính bằng phần trăm, theo công thức:

$$\%C = \frac{(m_1 - m_2) \times 0,2729}{m_0} \times 100$$

trong đó

m₁ khối lượng của ống chứa amiăng kiềm sau khi hấp thụ CO₂, tính bằng gam;

m₂ khối lượng của ống chứa amiăng trong thí nghiệm trắng, tính bằng gam;

m₀ Lượng cân của mẫu thử, tính bằng gam.

0,2729 Hệ số chuyển đổi từ cacbon dioxit (CO₂) thành cacbon (C)

Chênh lệch khi phân tích lặp lại mẫu thử được quy định tại điều 10 của bản tiêu chuẩn này.

9 Phương pháp đốt cháy – hấp thụ hồng ngoại

9.1 Cách tiến hành

Kiểm tra nguồn điện và nguồn khí oxi cấp cho thiết bị.

Theo sơ đồ (Hình 2) liên kết và làm kín hệ thống bằng các van Y_1 , Y_2 và Y_3 . Thông oxy khoảng 5 min để thổi sạch không khí đồng thời kiểm tra toàn bộ độ kín khí của toàn bộ hệ thống.

9.1.1 Kiểm tra trước khi tiến hành thử nghiệm

Nâng nhiệt độ lò đến 1200 °C. Cân khoảng 0,25 gam (chính xác đến 0,0001 g) mẫu wolfram cacbua chuẩn chứa 6,10 % cacbon (4.4) và 1,5 gam đồng oxit (chính xác đến 0,0001 g) (4.3) vào thuyền sứ.

Mở van Y_1 , Y_2 , van Y_3 đóng thổi khí qua thiết bị 15 s. Mở cả 3 van tiến hành phân tích theo quy trình hướng dẫn thiết bị. Phân tích lặp lại hai lần và thiết lập thiết bị theo quy trình hướng dẫn hiệu chuẩn thiết bị của nhà sản xuất.

Kiểm tra hiệu chuẩn thiết bị bằng cách phân tích SiC (29,43 % cacbon) chuẩn. Kết quả phải nằm trong giá trị chênh lệch cho phép theo điều 10. Nếu không phải tiến hành hiệu chỉnh lại trước khi tiến hành phân tích.

Làm thí nghiệm trắng trước để hiệu chỉnh kết quả (a_0).

9.1.2 Phân tích mẫu

Tùy thuộc vào hàm lượng cacbon có trong mẫu, cân lượng mẫu theo quy định ghi trong bảng sau vào thuyền đựng mẫu

Hàm lượng cacbon, %	Lượng mẫu cân, gam
Đến 6	Khoảng 0,25
Từ 6 đến 10	Khoảng 0,20
Từ 10 đến 20	Khoảng 0,15
Từ 20 đến 25	Khoảng 0,075

Cân tiếp 1,5 gam đồng oxit (chính xác đến 0,0001 g) vào thuyền đựng mẫu. Thực hiện các thao tác như đã nêu trong cách phân tích mẫu chuẩn kiểm tra thiết bị. Tiến hành lặp lại thí nghiệm và ghi lại các giá trị phân tích (a).

9.2 Tính kết quả

Hàm lượng cacbon tổng (C) có trong mẫu, tính bằng phần trăm, theo công thức

$$\% C = a - a_0$$

trong đó

a là kết quả phân tích hàm lượng cacbon tổng khi phân tích mẫu thử, tính bằng phần trăm.

a_0 là kết quả phân tích hàm lượng cacbon tổng khi thí nghiệm trắng, tính bằng phần trăm.

10 Chênh lệch cho phép

Chênh lệch cho phép khi phân tích lặp lại quy định theo bảng

Hàm lượng cacbon tổng, %	Chênh lệch cho phép khi phân tích lặp lại mẫu chuẩn, %	Chênh lệch cho phép khi phân tích lặp lại mẫu thử, %
Từ 5,00 đến 15,00	$\pm 0,35$	$\pm 0,50$
Lớn hơn 15,00	$\pm 0,45$	$\pm 0,60$

11 Báo cáo kết quả thử nghiệm

Báo cáo kết quả thử nghiệm bao gồm ít nhất các thông tin sau

- các thông tin cần thiết để nhận biết mẫu thử một cách đầy đủ;
- các bước tiến hành thử khác với quy định của tiêu chuẩn này (ghi rõ tài liệu viện dẫn);
- các kết quả thử;
- các tình huống có ảnh hưởng đến kết quả thử;
- ngày, tháng, năm tiến hành thử nghiệm.
