

FEROCROM Phương pháp xác định hàm lượng silic Феррохром методы определения содержания кремния Ferrochrome Methods for the deter- mination of silicon contents		TCVN 3857 — 83
		Có hiệu lực từ 1-1-1985

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp khối lượng để xác định hàm lượng silic (từ 0,5 % trở lên) trong ferocrom.

Khi tiến hành phân tích, nhất thiết phải tuân theo những yêu cầu chung trong TCVN 3853 — 83

1. PHƯƠNG PHÁP KHỐI LƯỢNG PECLORIC

(dùng cho ferocrom không chứa cacbon và ferocrom cacbon)

1.1. Nguyên tắc

Phương pháp dựa vào sự tách silic dưới dạng axit silixic trong dung dịch axit pecloric bằng cách bốc hơi dung dịch đến thoát khỏi dày đặc của axit pecloric.

1.2. Hóa chất và dung dịch

Axit nitric d 1,40.

Axit clohydric d 1,19 và dung dịch (5 + 95).

Axit sulfuric d 1,84 và dung dịch (1 + 1), (1 + 2).

Axit pecloric, dung dịch 57 %.

Axit flohydric, dung dịch 40 %.

1.3. Cách tiến hành

Căn cứ vào hàm lượng silic có trong mẫu để lấy lượng cân theo bảng 1.

Bảng 1

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

Cho mẫu đã cân vào cốc dung tích 400 ml, hòa tan trong 15 ml axit sunfuric và 30 ml nước. Thêm 3 - 5 ml axit nitric và đun sôi 6 - 7 phút. Thêm 50 - 60 ml axit peloric, bốc hơi dung dịch đến thoát khói trắng. Thêm 100 - 150 ml nước nóng và đun đến tan hết muối. Trong trường hợp muối chậm tan thì thêm 25 ml axit clohidric.

Lọc kết tủa axit silixic qua giấy lọc trung bình có chứa một ít bột giấy lọc. Rửa kết tủa 3 - 4 lần bằng dung dịch axit clohydric và sau đó bằng nước nóng đến hết ion clo (thử bằng dung dịch bạc nitrat). Giữ giấy lọc cùng với kết tủa lại.

Bốc hơi dung dịch lọc đến thể tích 15 - 20 ml thêm 20 - 25 ml axit pecloric và lại bốc hơi đến thoát khói trắng. Làm nguội dung dịch, thêm 100 - 150 ml nước nóng, đun cho tan hết muối rồi lọc, rửa axit silixic như trên.

Cho cả hai giấy lọc cùng với kết tủa vào chén bạch kim. Hóa tro và nung ở 1000 - 1050°C đến khối lượng không đổi, để nguội trong bình hút ẩm rồi cân.

Thấm ướt kết tủa trong chén bằng vài giọt nước. Thêm 2 - 3 giọt dung dịch axit sunfuric (1 + 1), 5 - 7 ml dung dịch axit flohydric và cô đến bốc hết khói trắng của axit sunfuric. Lại cho vào lò và nung ở 1000 - 1050°C đến khối lượng không đổi, để nguội trong bình hút ẩm rồi cân.

Phải tiến hành xác định silic trong mẫu trắng song song với mẫu phân tích.

1.4. Tính kết quả

Hàm lượng silic (X) tính bằng phần trăm theo công thức:

$$X = \frac{[(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)] \cdot 0,4672 \cdot 100}{m}$$

trong đó:

m_1 - khối lượng chén với kết tủa silic dioxit của mẫu trước khi xử lý bằng axit flohydric, g;

m_2 - khối lượng chén với cặn mẫu sau khi xử lý bằng axit flohydric, g;

m_3 - khối lượng chén với kết tủa của silic dioxit của mẫu trắng trước khi xử lý bằng axit flohydric, g;

m_4 — khối lượng chén với cân mẫu trắng sau khi xử lý bằng axit flohydric, g ;

m — khối lượng mẫu, g ;

0,4672 — hệ số chuyển từ silic dioxit ra silic.

2. PHƯƠNG PHÁP KHỐI LƯỢNG CLOHYDRIC

(áp dụng cho ferocrom cacbon trung bình và ferocrom cacbon)

2.1. Nguyên tắc

Phương pháp dựa vào sự đông tụ axit silicic với gelatin trong môi trường axit clohydric ở nhiệt độ dưới 60°C. Mẫu được phân hủy bằng cách nung với natri peoxit.

2.2. Hóa chất và dung dịch

Axit clohydric d 1,19 và dung dịch (1 + 1), (2 + 98).

Axit nitric d 1,40.

Axit flohydric, dung dịch 40%.

Axit sunfuric, d 1,84 và dung dịch (1 + 1).

Natri peoxit.

Gelatin, dung dịch 1% chuẩn bị như sau: cho 1 g gelatin vào các dung tích 300 ml đã có sẵn 30—40 ml nước. Để 1 giờ ở nhiệt độ phòng và thỉnh thoảng khuấy. Ngâm cốc vào nước nóng, đun và khuấy liên tục cho tan. Pha loãng bằng nước đến 100 ml. Để đảm bảo sử dụng tốt trong 1 — 2 tháng thì thêm 0,1 g thủy ngân (II) clorua vào mỗi 100 ml dung dịch đó.

2.3. Cách tiến hành

Căn cứ vào hàm lượng silic trong mẫu mà cân khối lượng mẫu (theo bảng 1) rồi cho vào chén niken đã có sẵn 5 g natri peoxit và phủ lên trên 1 g nữa. Nung trong lò đầu tiên ở nhiệt độ vừa phải sau đó ở 750 — 800°C khoảng 4 — 5 phút, để nguội chén, cho vào cốc dung tích 500 — 600 ml. Lấy khối chảy ra bằng dung dịch axit clohydric (1 + 1) và 3 — 4 lần nữa bằng nước nóng.

Thêm 40 ml axit clohydric d 1,19, có đến dạng muối ẩm. Để nguội, thêm 15 — 20 ml axit clohydric rồi đun nhẹ đến tan muối. Vừa khuấy vừa cho 2 ml dung dịch gelatin. Sau 1 — 2 phút lại

cho thêm 2 ml dung dịch gelatin nữa, đồng thời khuấy kỹ. Để yên 10 - 15 phút. Sau đó thêm 70 - 80 ml nước nóng, khuấy kỹ rồi để yên 15 phút.

Lọc kết tủa axit silixic qua giấy lọc trung bình có chứa một ít bột giấy lọc, rửa 10-12 lần bằng dung dịch axit clohydric (2+98) nóng và sau đó bằng nước nóng đến hết ion clo (thử bằng dung dịch bạc nitrat) giữ giấy lọc cùng với kết tủa.

Đun sôi dung dịch lọc và cho vào đó 10 - 15 axit nitric. Cô đến dạng muối ẩm, thêm 10 ml axit clohydric và lại cô đến dạng muối ẩm. Quá trình cô với axit clohydric được lặp lại hai lần và sau đó tiến hành các bước tuần tự như trên.

Nhập giấy lọc cùng với kết tủa cả hai lần lại. Cho vào chén bạch kim, hóa tro và nung ở 1000 - 1050°C đến khối lượng không đổi.

Thấm ướt kết tủa trong chén bằng vài giọt nước, thêm 2-3 giọt dung dịch axit sunfuric (1 + 1) và 5 - 7 ml dung dịch axit flohydric rồi đun bốc hơi để đuổi hết khói của axit sunfuric.

Lại nung chén ở 1000 - 1050°C đến khối lượng không đổi, để nguội trong bình hút ẩm rồi cân. Hiệu số hai lần cân tương ứng với hàm lượng silic.

Phải tiến hành xác định silic trong mẫu trắng song song với mẫu phân tích.

2.4. Tính kết quả

2.4.1. Hàm lượng silic (X) tính bằng phần trăm theo công thức:

$$X = \frac{[(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)] \cdot 0,4672 \cdot 100}{m}$$

trong đó:

m_1 - khối lượng chén với kết tủa silic đioxit của mẫu trước khi xử lý bằng axit flohydric, g;

m_2 - khối lượng chén với cặn của mẫu sau khi xử lý bằng axit flohydric, g;

m_3 - khối lượng chén với kết tủa silic đioxit của mẫu trắng trước khi xử lý bằng axit flohydric, g;

m_4 — khối lượng chén với cặn của mẫu trắng sau khi xử lý bằng axit flohydric, g;

m — khối lượng mẫu, g;

0,4672 — hệ số chuyển từ silic dioxit sang silic.

2.4.2. Bảng sai lệch cho phép

Hàm lượng silic, %	Sai lệch cho phép, % (tuyệt đối)
Từ 0,5 đến 1,0	0,06
Trên 1,0 » 2,0	0,08
» 2,0 » 3,0	0,10
» 3,0 » 4,0	0,12
» 4,0	0,15