

<b>FEROTITAN</b>		<b>TCVN 3862 - 83</b>
<b>Phương pháp xác định hàm lượng cacbon</b>		
Ферротитан Методы определения содержания углерода	Ferrotitanium Methods for the deter- mination of carbon content	Có hiệu lực từ 1-1-1985

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp thể tích khí và phương pháp đo điện lượng để xác định hàm lượng cacbon trong ferotitan từ 0,05 đến 2,0 %. Phương pháp đo điện lượng là khuyến khích áp dụng.

Khi tiến hành phân tích nhất thiết phải tuân theo những yêu cầu chung trong TCVN 3860 - 83

## 1. PHƯƠNG PHÁP THỂ TÍCH KHÍ

### 1.1. Nguyên tắc

Đốt mẫu trong dòng oxy ở nhiệt độ 1300°C, hấp thụ khí cacbonic tạo thành bằng dung dịch kali hydroxit. Hàm lượng cacbon tính theo hiệu thể tích khí trước và sau khi hấp thụ.

### 1.2. Thiết bị, hóa chất và dung dịch:

Thiết bị xác định cacbon (xem sơ đồ)

Áp kế.

Ống sứ: ống sứ mới trước khi sử dụng phải nung suốt chiều dài ống ở 1300°C.

Thuyền sứ, trước khi sử dụng nung 5 phút trong dòng oxy ở 1300°C, bảo quản trong bình hút ẩm.

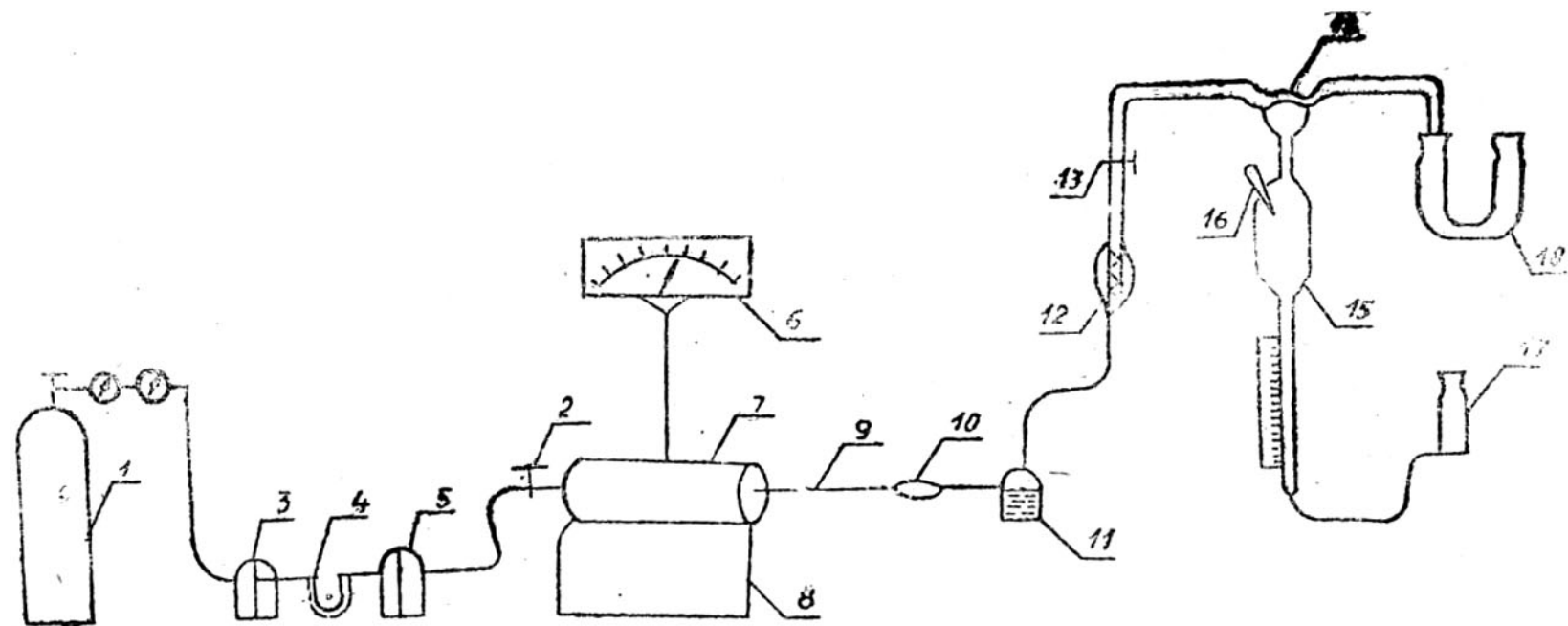
Kali hidroxit, dung dịch 400 g/l.

Axit sunfuric d 1,84.

Vôi xút.

Canxi clorua.

Kali pemanganat, dung dịch 40g/l trong dung dịch kali hidroxit 400g/l.



Sơ đồ thiết bị xác định cacbon

1. Bình oxy với đồng hồ và van điều chỉnh (nếu không có thì có thể thay thế bằng bình giảm áp);  
 2. Khóa 2 nhánh; 3. Bình rửa khí chứa dung dịch kali pemanganat 40g/l trong dung dịch kali hydroxit 400gl;  
 4. Ống chữ U chứa vôi xút hoặc canxi clorua khan; 5. Bình rửa khí chứa axit sunfuric đ 1,84; 6. Cặp nhiệt điện nối với đồng hồ đo nhiệt độ; 7. Lò ống; 8. Biển thể; 9. Ống sứ; 10. Bầu thủy tinh chứa bông thủy tinh; 11. Bình dung tích không quá 100 ml chứa dung dịch kali đicromat 15% trong axit sunfuric. 12. Ống sinh hàn; 13, 14. Khóa 3 nhánh; 15. Buret đo khí với thang đo; 16. Nhiệt kế; 17. Bình cân bằng chứa dung natri clorua 200 g/l đã được axit hóa bằng axit sunfuric và 5 ml dung dịch metyl da cam 0,1%; 18. Bình hấp thụ chứa dung dịch kali hydroxit 400 g/l.

Chất chảy: thiếc kim loại hoặc hỗn hợp đồng (II) oxit và sắt kim loại tỷ lệ (1 + 2).

Kali dicromat, dung dịch 15%.

### 1.3. Cách tiến hành

Trước khi tiến hành phân tích, lò được nung nóng đến 1300°C. Kiểm tra các chỗ nối và khóa có kín không bằng cách xoay khóa 14 thông buret với khóa 13, xoay khóa 13 thông buret với không khí. Nâng bình cân bằng lên cao, sau ít phút dung dịch chảy đầy buret, đóng khóa 13 lại, xoay khóa 14 thông buret với bình hấp thụ. Hạ bình cân bằng xuống thấp, dung dịch sẽ chảy hết từ buret sang bình cân bằng. Mục dung dịch trong bình hấp thụ dâng lên. Khi phao trong bình hấp thụ đóng, xoay khóa 14 và 13 thông buret với không khí. Nâng bình cân bằng lên cao, dung dịch sẽ chảy đầy buret. Đóng khóa 13 và 14 lại, hạ bình cân bằng xuống thấp. Nếu bình hấp thụ vẫn đầy dung dịch và mục dung dịch trong buret không đổi chứng tỏ thiết bị đã kín. Nếu dung dịch trong buret giảm xuống chứng tỏ thiết bị bị hở, cần tháo các chỗ nối ra, lau các khóa, bôi trơn, lắp lại và kiểm tra lại độ kín của thiết bị.

Sau đó cân 0,5 - 1g mẫu cho vào thuyền sứ, phủ chất chảy tỷ lệ (1 + 1) so với mẫu, lên trên. Dùng que thép đẩy thuyền sứ vào vùng nóng nhất của ống sứ, đẩy ống sứ lại. Sau 1 phút mở khóa 2, 13 và 14 để thông ống sứ với buret. Khi mục dung dịch trong buret đến vạch 0,20 của thang đo, đóng khóa 14 lại, tháo nút cao su khỏi ống sứ và đóng khóa 2 lại, kéo thuyền sứ ra khỏi ống sứ.

Sau 20 giây chuyển dịch bình cân bằng 17 dọc theo buret để tìm vị trí cân bằng, ghi mức dung dịch ( $V_1$ ).

Xoay khóa 14 thông buret với bình hấp thụ, nâng bình cân bằng lên cao đầy khí sang bình hấp thụ. Khi phao trong buret đóng, hạ bình cân bằng xuống thấp để đầy khí từ bình hấp thụ trở lại buret đến lúc phao trong bình hấp thụ đóng.

Lặp lại sự hấp thụ hai lần nữa. Đóng khóa 14 lại.

Đặt bình cân bằng lên bàn. Sau 1 phút chuyển dịch bình cân bằng dọc theo buret, tìm vị trí cân bằng và ghi mức dung dịch ( $V_2$ ), ghi nhiệt độ ở nhiệt kế và áp suất khí quyển theo áp kế.

Mở khóa 14 và 13, nâng bình cân bằng lên cao để đuổi khí trong buret ra ngoài.

Đóng khóa 13 và 14 lại và chuẩn bị đốt mẫu tiếp theo.

Đồng thời tiến hành phân tích mẫu trắng qua tất cả các giai đoạn như đối với mẫu phân tích.

#### 1.4. Tính kết quả

1.4.1. Hàm lượng cacbon (X) tính bằng phần trăm theo công thức:

$$X = \frac{(V - V_0) \cdot K \cdot 100}{m}$$

trong đó:

$V = V_2 - V_1$  - hiệu số chỉ trên thang đo sau và trước khi hấp thụ khí cacbonic mẫu phân tích;

$V_0$  - hiệu số chỉ trên thang đo, trước và sau khi hấp thụ khí cacbonic mẫu trắng;

$k$  - hệ số hiệu chỉnh áp suất và nhiệt độ;

$m$  - lượng cân mẫu, g.

#### 1.4.2. Bảng sai lệch cho phép

Hàm lượng cacbon, %	Sai lệch cho phép, % (tuyệt đối)
Từ 0,05 đến 0,10	0,015
Trên 0,10 » 0,20	0,02
» 0,20 » 0,40	0,03
» 0,40 » 1,00	0,05
» 1,00 » 2,00	0,07

## 2. PHƯƠNG PHÁP ĐO ĐIỆN LƯỢNG

### 2.1. Nguyên tắc

Phương pháp dựa vào sự đốt mẫu trong dòng oxy. Khí cacbonic tạo thành được dòng oxy đẩy vào bình chứa dung dịch hấp thụ có độ pH ban đầu nhất định.

Đo điện lượng cần thiết để đưa pH về giá trị ban đầu đã bị axit tạo thành làm cho thay đổi.

Lượng điện đó tỷ lệ với hàm lượng cacbon trong lượng cân mẫu.

## 2.2. Thiết bị, hóa chất và dung dịch

Thiết bị đo điện lượng dạng bất kỳ cùng với các phụ kiện để xác định cacbon.

Dung dịch hấp thụ và dung dịch phụ trợ, chuẩn bị theo hướng dẫn kèm theo máy đo điện lượng.

Sắt kim loại.

Thiếc kim loại dạng hạt.

Đồng (II) oxit dạng bột hoặc dạng dây đã được nung ở  $800 \pm 25^{\circ}\text{C}$  trong vòng 3 - 4 giờ.

Chất chảy: 1g thiếc hoặc hỗn hợp 0,5g đồng (II) oxit và 1g sắt kim loại. Hàm lượng cacbon trong chất chảy không được lớn hơn 0.015%.

## 2.3. Cách tiến hành

Cân lượng cân mẫu tương ứng với dạng máy sử dụng, cho vào thuyền sứ, thêm chất chảy với tỉ lệ (1+2). Đầy thuyền sứ vào vùng nóng nhất của ống sứ, đậy nút cao su lại và đốt mẫu ở nhiệt độ  $1300 \pm 25^{\circ}\text{C}$ .

Kết thúc phân tích khi kim đồng hồ sau 1 phút thay đổi không vượt quá trị số trắng của máy.

## 2.1. Tính kết quả

2.1.1. Hàm lượng cacbon (X) tính bằng phần trăm theo công thức:

$$X = \frac{m(a - a_1)}{m_1}$$

trong đó:

m - khối lượng mẫu đã dùng để chỉnh máy, g;

$m_1$  - khối lượng mẫu phân tích, g;

a - trị số của máy khi đốt mẫu phân tích, %;

$a_1$  - trị số của máy khi tiến hành thí nghiệm kiểm tra độ bền của hóa chất, %.

## 2.1.2. Bảng sai lệch cho phép

Xem bảng