

NGHIÊN CỨU QUY TRÌNH PHÂN HỦY MẪU VÀ XÁC ĐỊNH NGUYÊN TỐ Mo TRONG FERRO MOLIPDEN

CN. PHAN THỊ THANH HÀ, CN. NGUYỄN ĐĂNG HẢI
Viện Khoa học và Công nghệ Mỏ-Luyện kim

Ferro Molipden được dùng nhiều trong công nghệ nấu luyện thép hợp kim, thép chất lượng cao, ngoài ra nó còn là sản phẩm trung gian và là nguyên liệu quan trọng của công nghệ đúc và sản phẩm thép đúc, ngành luyện kim đã dùng tới 3/4 số quặng Mo khai thác được trên trái đất để luyện thép chuyên dụng. Mo đồng thời vừa tăng độ cứng, vừa tăng độ dẻo dai của thép mà đáng lẽ ra sự tăng độ cứng thường đi đôi với tăng độ giòn. Sản phẩm của công nghiệp luyện kim đen chiếm khoảng 90 % tổng khối lượng kim loại sản xuất ra trên thế giới.

Hiện nay Ferro Molipden được sản xuất theo hai tiêu chuẩn (tiêu chuẩn của Mỹ và tiêu chuẩn của Châu Âu) có hàm lượng từ 60÷75 % Mo.

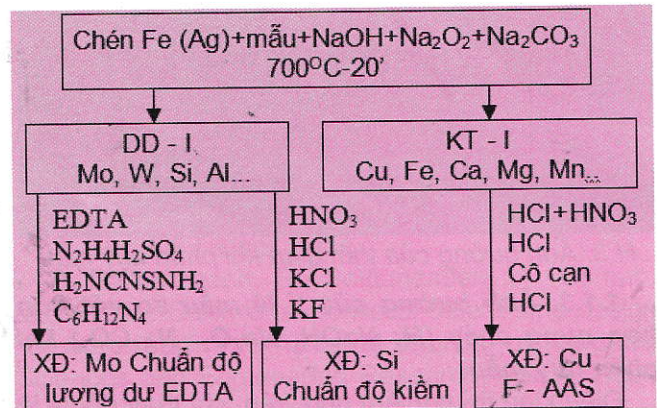
Thông thường mỗi lô hàng xuất khẩu đều phải kèm theo một kết quả thử nghiệm mẫu sản phẩm lấy từ lô hàng đó để tiết kiệm thời gian và chi phí, giảm thiểu các hàng rào kỹ thuật trong thương mại. Kết quả thử nghiệm thường được khách hàng yêu cầu đáp ứng cả về thời gian và chất lượng.

Bài báo giới thiệu việc xây dựng một quy trình có áp dụng những tiến bộ khoa học hiện đại nhằm xác định nhanh, chính xác, có hiệu quả kinh tế hàm lượng Mo trong Ferro Molipden; đáp ứng yêu cầu cấp bách của ngành công nghiệp chế biến molipden nói chung và đặc biệt cần thiết đối các cơ sở sắp triển khai luyện Ferro Molipden nói riêng.

1. Kết quả nghiên cứu và bàn luận

1.1. Nghiên cứu tối ưu các điều kiện ảnh hưởng đến quá trình phân hủy mẫu

Ferro molipden dễ dàng hòa tan hoàn toàn trong chén sắt (Fe) hoặc chén bạc (Ag) với hỗn hợp kiềm như $\text{NaOH}+\text{Na}_2\text{O}_2$; $\text{Na}_2\text{CO}_3+\text{Na}_2\text{O}_2$ theo tỷ lệ 1:8:2 hay $\text{NaOH}+\text{Na}_2\text{O}_2+\text{Na}_2\text{CO}_3$ theo tỷ lệ $\text{NaOH}:\text{Na}_2\text{O}_2:\text{Na}_2\text{CO}_3$ là 1:6:12:4 ở 700 °C khoảng 18÷20 phút. Ferro Molipden cũng dễ dàng hòa tan hoàn toàn trong chén platin (Pt) với hỗn hợp kiềm $\text{K}-\text{Na}_2\text{CO}_3+\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ theo tỷ lệ 1:3:1 ở 1000 °C trong thời gian 20 phút.



H.1. Sơ đồ phân tích xác định các thành phần trong ferro molipden

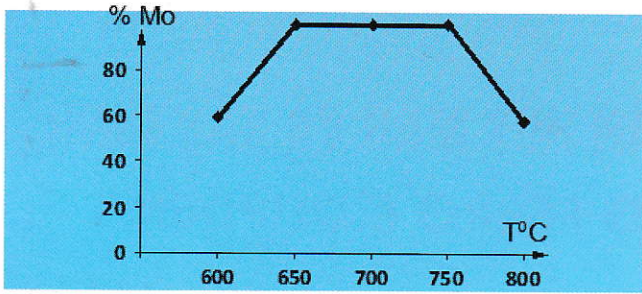
Qua tài liệu tham khảo và thực tế phân tích, đề tài chọn phương pháp nung chảy mẫu Ferro Molipden với $\text{NaOH}+\text{Na}_2\text{O}_2+\text{Na}_2\text{CO}_3$ trong chén Fe hoặc chén Ag vì thao tác đơn giản, tiện lợi và kinh tế. Đặc biệt hiệu suất phân hủy mẫu luôn luôn đạt cực đại và ổn định, so sánh với mẫu tiêu chuẩn. Theo các tác giả, nhiệt độ (T °C), thời gian (t, phút), tỷ lệ mẫu (M) so với hỗn hợp nung chảy $\text{NaOH}+\text{Na}_2\text{O}_2+\text{Na}_2\text{CO}_3$ đều ảnh hưởng trực tiếp đến kết quả phân hủy mẫu. Các nghiên cứu sau sẽ khảo sát điều kiện nêu trên để tìm ra các thông số tối ưu.

1.1.1. Nghiên cứu ảnh hưởng của nhiệt độ khi phân hủy mẫu

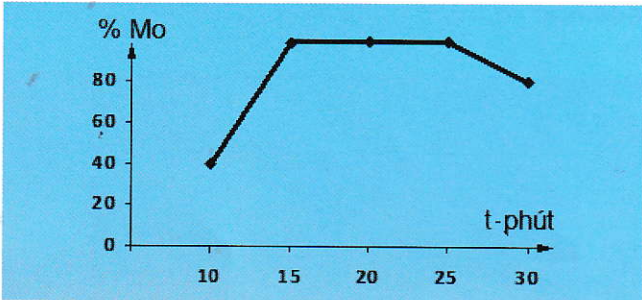
Đã tiến hành nghiên cứu khảo sát cách phân hủy mẫu: sử dụng một mẫu Ferro Molipden tiêu chuẩn có hàm lượng Mo đã biết. Điều kiện thí nghiệm như sau: kích thước hạt Ferro Molipden $\leq 0,063$ mm, thời gian phân hủy mẫu 20 phút, tỷ lệ mẫu và hỗn hợp nung chảy M: $\text{NaOH}:\text{Na}_2\text{O}_2:\text{Na}_2\text{CO}_3$:1:6:12:4, nhiệt độ phân hủy mẫu thay đổi: 600÷800 °C. Kết quả được chỉ ra trên H.2.

1.1.2. Ảnh hưởng của thời gian khi phân hủy mẫu

Điều kiện thí nghiệm như trên, chỉ thay đổi thời gian phân hủy mẫu từ 10÷30 phút. Kết quả được chỉ ra trên H.3.



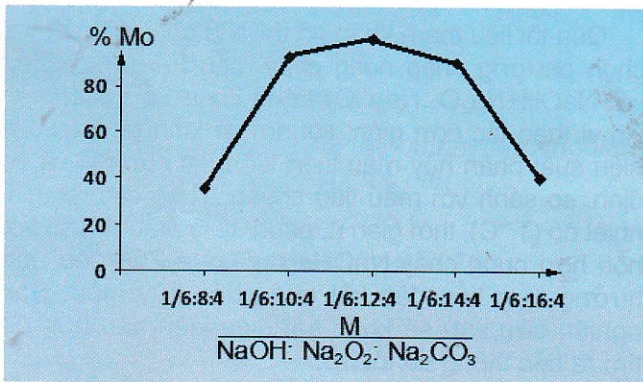
H.2. Ảnh hưởng của nhiệt độ khi phân hủy mẫu



H.3. Ảnh hưởng của thời gian khi phân hủy mẫu

1.1.3. Ảnh hưởng của tỉ lệ mẫu so với hỗn hợp nung chảy (M: NaOH: Na₂O₂: Na₂CO₃) khi phân hủy mẫu

Điều kiện thí nghiệm như trên, chỉ thay đổi tỷ lệ Na₂O₂, tỷ lệ khảo sát từ 8÷16. Kết quả được chỉ ra trên H.4.



H.4. Ảnh hưởng của tỉ lệ mẫu so với hỗn hợp nung chảy khi phân hủy mẫu

1.2. Khảo sát các điều kiện để xác định hàm lượng Mo

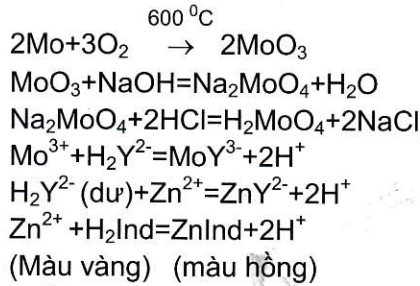
Để xác định hàm lượng Mo trong Ferro Molipden đề tài dùng phương pháp sau đây: xác định hàm lượng Mo bằng phương pháp chuẩn độ lượng dư EDTA.

Phương pháp phân tích như sau: phân hủy mẫu thử bằng hỗn hợp nung chảy, hòa tan hỗn hợp nung chảy bằng H₂O và H₂O₂. Sau đó khử Mo bằng hydrazin sunfat (N₂H₄H₂SO₄) trong môi trường HCl xuống Mo³⁺. Phương pháp dựa trên

phản ứng tạo phức của Mo³⁺ với một lượng dư chính xác EDTA ở pH=5. Chuẩn độ lượng dư EDTA bằng dung dịch tiêu chuẩn Zn(CH₃COO)₂ với chỉ thị xylenol da cam cho đến khi dung dịch chuyển từ màu vàng sang màu hồng.

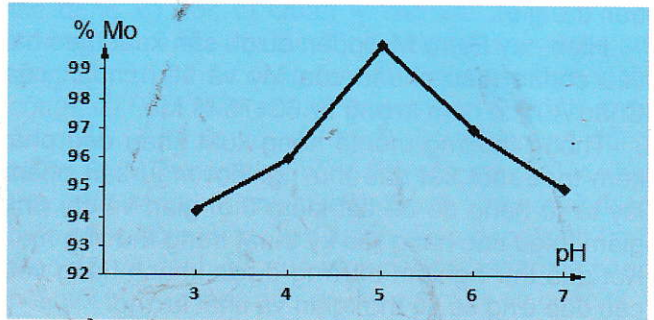
Chênh lệch giữa các kết quả phân tích song song không được vượt lớn hơn 0,5 %.

Cơ chế của phản ứng như sau:



a. Ảnh hưởng của pH trong dung dịch tạo phức

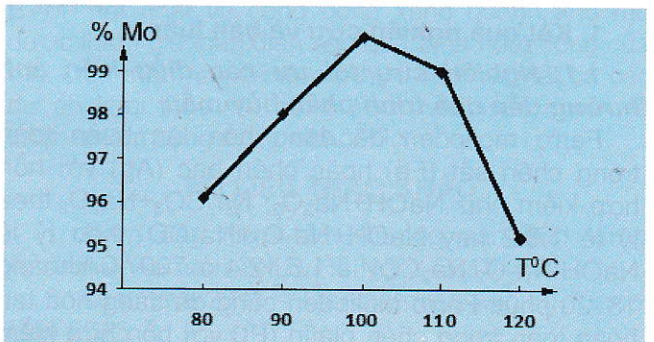
Điều kiện thí nghiệm như sau: dung dịch tiêu chuẩn Mo 1 mg/ml: 30 mg, nhiệt độ tạo phức: 100 °C, thời gian tạo phức: 5 phút, lượng dư chất tạo phức EDTA: ≥50 %, lượng dư chất khử hydrazin sunfat: 2 g, pH tạo phức thay đổi: 3÷7. Kết quả được chỉ ra trên H.5.



H.5. Ảnh hưởng của pH trong dung dịch tạo phức

b. Ảnh hưởng của nhiệt độ tạo phức đến kết quả xác định hàm lượng Mo

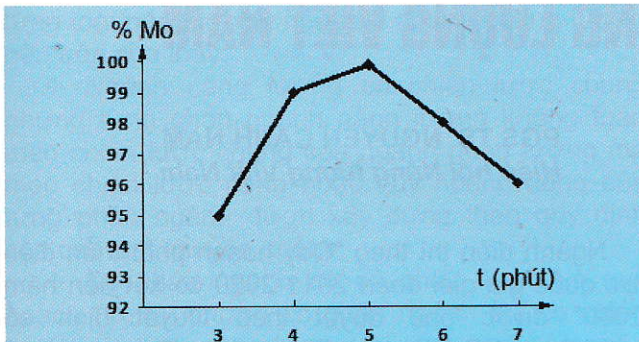
Điều kiện thí nghiệm như trên, chỉ thay đổi nhiệt độ tạo phức, tỷ lệ khảo sát thay đổi từ 80÷120 °C. Kết quả được chỉ ra trên H.6.



H.6. Ảnh hưởng của nhiệt độ tạo phức đến kết quả xác định Mo

c. Ảnh hưởng của thời gian tạo phức đến kết quả xác định hàm lượng Mo

Điều kiện thí nghiệm như trên, chỉ thay đổi thời gian tạo phức, tỷ lệ khảo sát từ 3÷7 phút. Kết quả được chỉ ra trên H.7.



H.7. Ảnh hưởng của thời gian tạo phức đến kết quả xác định Mo

3. Kết luận

Đã đưa ra được sơ đồ phân hủy mẫu và khảo sát các yếu tố ảnh hưởng đến kết quả xác định Mo. Phương pháp này được lựa chọn sau quá trình nghiên cứu các tài liệu tham khảo phù hợp với điều kiện của phòng thí nghiệm, thời gian phân tích nhanh. Phương pháp đáp ứng được yêu cầu phân tích phục vụ cho việc nghiên cứu, thăm dò, khai thác, chế biến và đánh giá chất lượng hàng hóa trong hoạt động kinh doanh thương mại, phục vụ yêu cầu quản lý nhà nước và ngành luyện kim. Đề xuất quy trình phân tích xác định hàm lượng các nguyên tố trong Ferro Molipden cụ thể là: xác định hàm lượng Mo bằng phương pháp chuẩn độ lượng dư EDTA. □

TÀI LIỆU THAM KHẢO

1. Trần Tứ Hiếu. Hóa phân tích. NXB ĐHQG, 2000; Tái bản 2002, 2003.
2. Trần Tứ Hiếu, Từ Vọng Nghi, Nguyễn Văn Di, Nguyễn Xuân Trung. Các phương pháp phân tích công cụ. NXB KHKT. 2007.
3. Đào Hữu Vinh, Lâm Ngọc Thụ. Chuẩn độ phức chất. NXB KHKT. 1979.
4. Tiêu chuẩn quốc tế ISO 4173:1980 (E).
5. JIS G1317:1998 (E) Method for chemical analysis of molybdenum ferro.

Người biên tập: Trần Văn Trạch

Từ khóa: phân hủy mẫu, hàm lượng Mo, ferro molybden

Ngày nhận bài: 18-08-2016

Ngày duyệt đăng bài: 05-10-2016

SUMMARY

This paper presents the process of treating Molybdenum Ferro samples, surveying the factors affecting on the results identified molybdenum. This analytical procedure is applied to definite Mo content in Molybdenum Ferro.

PHÂN TÍCH PHI TUYẾN...

(Tiếp theo trang 49)

hình học dàn phẳng dựa trên nguyên lí cực trị Gauss. Tạp chí Xây dựng, Số 7, Tr. 76-78.

7. SAP2000. User guide.

8. Soltanzadeh, G., Soltanzadeh, H., Osman, M.H., 2015. Seismic response of steel frame design for wind load. International Journal of (Applied Sciences and Engineering Research, Vol. 4, Issue 2, p.233.

Người biên tập: Võ Trọng Hùng

Từ khóa: phân tích pushover; thiết kế công trình; phân tích phi tuyến; khớp dẻo trong khung; khung thép; phần mềm SAP2000

Ngày nhận bài: 05-01-2016

Ngày duyệt đăng bài: 25-10-2016

SUMMARY

The nonlinear pushover analysis has been widely applied in the design of steel structures. The nonlinear pushover analysis is more appropriate for low to mid-rise building. Pushover analysis method allows to determine the formation of plastic hinges on the steel frame and helping the designers can adjust the location of plastic hinges as expected. The paper presents the nonlinear pushover analysis of steel frame structures considering the nonlinear geometric and material using SAP2000 software.