

Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt nam  Ủy ban Khoa học và Kỹ thuật Nhà nước  Cục Tiêu chuẩn	<b>GANG THÉP</b>  Phương pháp phân tích hóa học Xác định hàm lượng mangan	<b>TCVN</b> <b>1819 - 76</b>  <b>Nhóm B</b>
<p>Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng mangan đến 5,0%.</p> <p style="text-align: center;">1. QUY ĐỊNH CHUNG</p> <p>Theo TCVN 1811 - 76.</p> <p style="text-align: center;">2. XÁC ĐỊNH MANGAN TRONG GANG THÉP THƯỜNG</p> <p>2.1. Nguyên tắc</p> <p>Oxy hóa mangan (II) trong môi trường axit sunfuric đến mangan (VII) bằng amoni pesunfat có bạc nitrat làm xúc tác. Chuẩn độ axit pemanganic tạo thành bằng dung dịch natri asenit nitrit.</p> <p>2.2. Hóa chất</p> <p>Hỗn hợp axit để hòa tan mẫu: rót từ từ 100 ml axit sunfuric (<math>d = 1,84</math>) vào 525 ml nước; làm lạnh. Cho tiếp 125 ml axit photphoric (<math>d = 1,70</math>) và 250 ml axit nitric (<math>d = 1,40</math>), cẩn thận lắc đều.</p> <p>Bạc nitrat, dung dịch 0,5% ;</p> <p>Amoni pesunfat, dung dịch 20%, mới pha ;</p> <p>Natri clorua, dung dịch 0,5% ;</p> <p>Natri asenit nitrit, dung dịch chuẩn độ, chuẩn bị như sau: đun nóng để hòa tan 1,6 g diasen trioxit (<math>As_2O_3</math>) và 6 g natri cacbonat trong 200 ml nước. Để nguội. Thêm nước đến 500 ml; thêm 0,75 g natri nitrit; lắc đều đến tan hoàn toàn. Pha loãng dung dịch bằng nước đến 1 lít; lắc đều.</p>		
Phòng thí nghiệm trung tâm Công ty gang thép Thái nguyên biên soạn	Ủy ban Khoa học và kỹ thuật Nhà nước đuyệt y ngày 11-1-1980	Có hiệu lực từ 1-1-1980

Độ chuẩn của dung dịch natri asenit nitrit được xác định theo mẫu chuẩn gang hoặc thép. Mẫu chuẩn có thành phần hóa học gần giống thành phần của mẫu thí nghiệm.

Xác định độ chuẩn trên ba lượng cân. Kết quả là trung bình cộng của các kết quả ba lần xác định.

Tiến hành xác định độ chuẩn trong các điều kiện để xác định mẫu thí nghiệm.

Độ chuẩn của dung dịch natri asenit nitrit ( $X_{An}$ ) được tính bằng số gam mangan trong 1 ml dung dịch, theo công thức:

$$X_{An} = \frac{a \cdot G_1}{V_1 \cdot 100}$$

trong đó:

a — hàm lượng mangan trong mẫu chuẩn, tính bằng phần trăm;

$G_1$  — lượng cân mẫu chuẩn, tính bằng g;

$V_1$  — thể tích dung dịch natri asenit nitrit tiêu tốn khi chuẩn độ, tính bằng ml.

### 2.3. Cách tiến hành

Cân 0,2g phoi gang hoặc thép cho vào bình nón dung tích 250 — 300 ml. Thêm 30 ml hỗn hợp axit; đun nóng nhẹ đến tan mẫu. Đun sôi tiếp 2 — 3 phút để đuổi nitơ oxit.

Khi phân tích gang, phải lọc bỏ cặn grafit và silic.

Dung dịch thu được pha loãng bằng nước đến thể tích 130 — 150 ml. Cho vào đó 5 — 10 ml dung dịch bạc nitrat; 10 ml dung dịch amoni pesunfat; đun nóng đến bắt đầu sôi. Lấy ra, đặt ở chỗ ấm đến ngừng tách bọt oxy. Làm lạnh dưới vòi nước chảy đến nhiệt độ phòng. Thêm 5 — 10 ml natri clorua. Chuẩn độ bằng dung dịch natri asenit nitrit với tốc độ 5 — 6 ml/phút đến khi dung dịch chuyển sang màu hồng nhạt, thêm từng giọt đến mất màu hoàn toàn.

### 2.4. Cách tính kết quả

Hàm lượng mangan (Mn) trong mẫu tính bằng phần trăm (%) theo công thức:

$$Mn = \frac{X_{An} \cdot V}{G} \cdot 100$$

trong đó:

$X_{An}$  — độ chuẩn của dung dịch natri asenit nitrit, tính bằng số gam mangan trong 1 ml dung dịch;

V — thể tích dung dịch natri asenit nitrit tiêu tốn khi chuẩn độ, tính bằng ml;

G — lượng cân mẫu, tính bằng g.

### 2.5. Xử lý kết quả

Chênh lệch giữa các kết quả xác định song song không được lớn hơn giá trị chênh lệch cho phép nêu ở bảng 1. Nếu lớn hơn phải xác định lại. Kết quả cuối cùng là trung bình cộng của ba kết quả xác định song song.

Bảng 1

Hàm lượng mangan, %		Chênh lệch cho phép, % (tuyệt đối)
	Đến 0,20	0,02
Trên	0,20 » 0,50	0,03
»	0,50 » 1,00	0,05
»	1,00 » 1,50	0,06
»	1,50 » 2,50	0,10
»	2,50 » 3,00	0,12

## 3. XÁC ĐỊNH MANGAN TRONG THÉP HỢP KIM

### 3.1. Nguyên tắc

Oxy hóa mangan (II) trong môi trường axit sunfuric đến mangan (VII) bằng amoni pesunfat có bạc nitrat làm xúc tác. Chuẩn độ axit pemanganic tạo thành bằng dung dịch natri asenit nitrit. Khi phân tích thép chứa hàm lượng crom trên 1% thì tiến hành tách loại crom bằng kẽm oxit.

### 3.2. Hóa chất

Axit clohidric (d = 1,19);

Axit nitric (d = 1,40);

Axit sunfuric (d = 1,84); dung dịch pha loãng (1:4);

Axit photphoric ( $d = 1,70$ );

Hỗn hợp axit để hòa tan mẫu, cách pha như sau: cân thận rót 200 ml axit sunfuric vào 800 ml nước, lắc đều. Để nguội. Thêm 80 ml axit photphoric, lắc đều;

Amoni pesunfat, dung dịch 20%, mới pha;

Amoni hydroxit, dung dịch 25%;

Giấy chỉ thị vạn năng;

Kẽm oxit không chứa mangan, loại bỏ tạp chất cacbon và các chất hữu cơ bằng cách nung đến 800 — 900°C. Sử dụng kẽm oxit dưới dạng huyền phù trong nước: hòa tan 80 — 100g kẽm oxit trong 500 — 600 ml nước nóng;

Bạc nitrat, dung dịch 0,2 %;

Natri clorua, dung dịch 0,5%;

Natri cacbonat;

Natri nitrit;

Natri asenit nitrit, dung dịch chuẩn độ, chuẩn bị như sau: cân 1,5g diasen trioxit khan cho vào cốc dung tích 400 — 600 ml. Hòa tan bằng 25 ml dung dịch kiềm natri hydroxit 15%. Trung hòa dung dịch bằng axit sunfuric (1:2), cho dư 1 — 2 ml. Trung hòa lượng axit dư bằng natri cacbonat theo chỉ thị vạn năng. Cho vào dung dịch 0,85g natri nitrit, lắc đều đến tan muối. Chuyển dung dịch vào bình định mức dung tích 1 lit. Thêm nước đến vạch, lắc đều.

Độ chuẩn của dung dịch natri asenit nitrit xác định theo mẫu chuẩn. Mẫu chuẩn có thành phần hóa học gần giống thành phần của mẫu thí nghiệm.

Tiến hành xác định độ chuẩn trong các điều kiện để xác định mẫu thí nghiệm.

Độ chuẩn của dung dịch natri asenit nitrit ( $X_{AD}$ ) được tính bằng số gam mangan trong 1 ml dung dịch, theo công thức:

$$X_{AD} = \frac{a \cdot G_1}{V_1 \cdot 100}$$

trong đó:

a — hàm lượng mangan trong mẫu chuẩn, tính bằng phần trăm (%);

$G_1$  — lượng cân mẫu chuẩn, tính bằng  $g$ ;

$V_1$  — thể tích dung dịch natri asenit nitrit tiêu tốn khi chuẩn độ, tính bằng  $ml$ .

### 3.3. Cách tiến hành

#### 3.3.1. Thép chứa dưới 1% crom

Lấy lượng cân mẫu theo như bảng 2:

Bảng 2

Hàm lượng mangan, %	Lượng cân mẫu, g
Từ 0,05 đến 0,50	1,00
Trên 0,50 » 1,50	0,50
» 1,50 » 5,00	0,20

Cho vào bình nón dung tích 250 — 300  $ml$ . Thêm 30—50  $ml$  hỗn hợp axit, đun nóng nhẹ đến tan mẫu. Nhỏ từ từ từng giọt axit nitric ( $d = 1,40$ ) đến ngừng sủi bọt, cho dư 1 — 2  $ml$ . Đun sôi dung dịch để đuổi nito oxit.

Dung dịch nhận được pha loãng bằng nước nóng đến 70 — 100  $ml$ . Thêm 10  $ml$  bạc nitrat; 10  $ml$  amoni pesunfat; đun nóng đến bắt đầu sôi. Lấy ra, đặt ở chỗ ấm đến ngừng sủi bọt oxy (khoảng 1/2 phút). Làm lạnh dung dịch dưới vòi nước chảy đến nhiệt độ phòng. Thêm 10  $ml$  natri clorua. Chuẩn độ bằng dung dịch natri asenit nitrit với tốc độ 5 — 6  $ml$ /phút đến khi dung dịch chuyển sang màu hồng nhạt, thêm từng giọt đến mất màu hoàn toàn.

#### 3.3.2. Thép chứa trên 1% crom

Lấy lượng cân mẫu theo như bảng 3:

Bảng 3

Hàm lượng mangan, %	Lượng cân mẫu, g
Từ 0,05 đến 0,50	2,00
Trên 0,50 » 1,50	1,00
» 1,50 » 5,00	0,50

Cho vào bình nón dung tích 250 – 300 ml. Thêm vào đó 50 – 70 ml axit sunfuric (1:4); đun nóng nhẹ đến tan mẫu. Nhỏ từ từ từng giọt axit nitric ( $d = 1,40$ ) đến ngừng sủi bọt, cho dư 2 – 3 ml. Sau đó cô dung dịch đến xuất hiện khói trắng của axit sunfuric. (Nếu thép không tan trong axit sunfuric (1:4) thì hòa tan bằng 30 – 50 ml axit clohidric ( $d = 1,19$ ). Oxy hóa dung dịch bằng axit nitric ( $d = 1,40$ ) đến ngừng sủi bọt. Tiếp tục đun để đuổi nitor oxit. Thêm 10 – 20 ml axit sunfuric ( $d = 1,84$ ); cô dung dịch đến xuất hiện khói trắng của axit sunfuric). Thêm 50 ml nước, đun tiếp đến tan muối. Làm lạnh dung dịch. Nhỏ từ từ amoni hydroxyt đến xuất hiện kết tủa các hydroxyt kim loại. Nhỏ từng giọt axit sunfuric (1:4) đến tan kết tủa. Chuyển dung dịch vào bình định mức dung tích 250 ml.

Cho vào dung dịch nóng từng lượng nhỏ huyền phù kẽm trong nước đến xuất hiện kết tủa các hydroxyt lắng xuống đáy. (Lúc này dưới đáy bình xuất hiện một ít kết tủa trắng, báo hiệu lượng dư cần thiết kẽm oxit). Làm lạnh bình, thêm nước đến vạch, lắc đều. Lọc dung dịch qua giấy lọc và phễu khô vào bình nón khô dung tích 250 ml, tráng bình bằng phần dung dịch lọc đầu và bỏ đi.

Từ dung dịch lọc lấy ra 100 ml, chuyển vào bình nón dung tích 250 – 300 ml. Cho vào đó 30 ml hỗn hợp axit; 10 ml bạc nitrat; 10 ml amoni pesunfat; đun nóng dung dịch đến bắt đầu sôi. Lấy ra, đặt ở chỗ ấm đến ngừng tách bọt oxy (khoảng 1/2 phút). Làm lạnh dung dịch đến nhiệt độ phòng. Thêm vào dung dịch 10 ml natri clorua. Chuẩn độ bằng dung dịch natri asenit nitrit với tốc độ 5 – 6 ml/phút đến khi dung dịch chuyển sang màu hồng nhạt, thêm từng giọt đến mất màu hoàn toàn.

### 3.4. Cách tính kết quả

Hàm lượng mangan trong mẫu (Mn) tính bằng phần trăm (%), theo công thức:

$$\text{Mn} = \frac{X_{\text{An}} \cdot V}{G} \cdot 100$$

trong đó :

$X_{An}$  — độ chuẩn của dung dịch natri asenit nitrit, tính bằng số gam mangan trong 1 ml dung dịch ;

V — thể tích dung dịch natri asenit nitrit tiêu tốn khi chuẩn độ, tính bằng ml ;

G — khối lượng mẫu, tương ứng với phần dung dịch lấy ra để chuẩn độ, tính bằng g.

### 3.5. Xử lý kết quả

Chênh lệch giữa các kết quả xác định song song không được lớn hơn giá trị chênh lệch cho phép nêu ở bảng 4. Nếu lớn hơn phải xác định lại. Kết quả cuối cùng là trung bình cộng của ba kết quả xác định song song.

Bảng 4

Hàm lượng mangan, %				Chênh lệch cho phép, % (tuyệt đối)
Từ	0,05	đến	0,20	0,01
Trên	0,20	»	0,50	0,02
»	0,50	»	1,00	0,03
»	1,00	»	3,00	0,04
»	3,00	»	5,00	0,05

## DÍNH CHÍNH GANG THÉP

Trang	dòng, cột, ô	In sai	Sửa lại
5	dòng 4 đl	Axit sunfuric ( $d=1,84$ )	(bỏ đi)
8	dòng 17	Axit nitric	Axit nitric
26	dòng 11	xiriconic	xiriconi
33	dòng 20 đl	bốc hơi.	bốc hơi).
47	dòng 2	dung dịch nhầy trong	dung dịch chảy trong