

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 silic	<b>TCVN</b> <b>1814 — 76</b>  <b>Nhóm B</b>
--	---	--

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng silic:

Theo phương pháp khối lượng pecloric đối với các loại gang thép có hàm lượng vonfam nhỏ hơn 1% ;

Theo phương pháp khối lượng clohidric đối với các loại gang thép có hàm lượng vonfam lớn hơn 1% và gang thép chứa niobi, molipden, tantan.

### 1. QUY ĐỊNH CHUNG

Theo TCVN 1811 — 76.

### 2. PHƯƠNG PHÁP KHỐI LƯỢNG PECLORIC

#### 2.1. Nguyên tắc

Hòa tan mẫu trong axit nitric hoặc hỗn hợp axit nitric-clohidric. Cô axit silic từ dung dịch với axit pecloric. Xác định silic trong dạng silic dioxyt.

#### 2.2. Hòa chất

Axit pecloric, dung dịch 60 — 70% ;

Axit nitric ( $d = 1,40$ ), dung dịch (3 : 5) ;

Axit clohidric ( $d = 1,19$ ), dung dịch (1 : 10) ;

Axit sunfuric ( $d = 1,84$ ), dung dịch (1 : 3) ;

Axit flohidric, dung dịch 40% ;

Kali sunfoxianua, dung dịch 5% ;

Kali natri cacbonat.

Phòng thí nghiệm trung tâm Công ty gang thép Thái nguyên biên soạn	Ủy ban Khoa học và kỹ thuật Nhà nước duyệt y ngày 1-11-1976	Có hiệu lực từ 1-1-1978
--	---	----------------------------

## 2.3. Cách tiến hành

2.3.1. Gang thép không chứa molipden, niobi, tantan  
Lấy lượng cân mẫu theo bảng 1:

Bảng 1

Hàm lượng silic, %		Lượng cân mẫu, g
	Đến 0,2	5
Trên 0,2	» 0,5	3
» 0,5	» 1,0	2
» 1,0		1

cho vào cốc dung tích 400 ml. Hòa tan mẫu bằng 40 ml axit nitric ( $d = 1,40$ ) đầy cốc bằng mặt kính đồng hồ (nếu mẫu khó tan, tiếp tục thêm 10 – 15 ml axit clohidric ( $d = 1,19$ )). Sau khi mẫu tan, lấy mặt kính đồng hồ ra, cho vào cốc 20 – 50 ml axit pecloric; cô dung dịch đến xuất hiện khói trắng (khi phân tích những loại gang thép chứa trên 1% silic thì cô dung dịch với axit pecloric hai lần). Đậy cốc bằng mặt kính đồng hồ, đun tiếp 15 – 20 phút để axit pecloric đọng lại chảy xuống theo thành cốc. Để nguội, cho vào cốc 125 ml nước nóng, khuấy đều đến tan muối, dùng đũa thủy tinh đâm nhỏ các cục muối.

Lọc ngay kết tủa qua giấy lọc định lượng chảy vừa. Rửa kết tủa và giấy lọc bằng dung dịch axit clohidric nóng (1 : 10) đến hết sắt (thử bằng dung dịch kali sunfoxianua); rửa lại bằng nước nóng. Cho kết tủa và giấy lọc vào chén cân platin; sấy khô. Cần thận đốt cháy giấy lọc, nung ở nhiệt độ 1000 – 1100°C trong 30 phút. Lấy ra, để nguội trong bình hút ẩm, cân.

Tầm ướt kết tủa bằng 3 – 5 giọt axit sunfuric (1 : 3), thêm 1 – 5 ml axit flohidric; cô đến hết khói trắng của lưu huỳnh trioxit; nung lại ở nhiệt độ 1000 – 1100°C đến khối lượng không đổi, cân.

## 2.3.2. Gang thép chứa hàm lượng vonfam thấp

Tiến hành phân tích như đã trình bày ở phần 2.3.1. đến khi thu được kết quả nung lần đầu. Tiến hành nung lần thứ

hai, sau khi cô với axit flohidric đến hết khói trắng, ở nhiệt độ không quá 800°C.

### 2.3.3. Gang thép chứa niobi, titan, tantan

Tiến hành phân tích như đã trình bày ở phần 2.3.1. đến khi thu được kết quả nung lần đầu. Sau đó tắm ướt kết tủa nhận được bằng 1 - 2 ml axit sunfuric (1:3); thêm 1 - 5 ml axit flohidric, cô đến hết khói trắng của lưu huỳnh trioxyt. Nung lại ở nhiệt độ 1000 - 1100°C đến khối lượng không đổi, cân.

### 2.3.4. Gang thép chứa hàm lượng vonfam cao, đồng thời chứa xiriconi, titan, nhôm

Tiến hành phân tích như đã trình bày ở phần 2.3.1. đến khi thu được kết quả nung lần đầu. Trộn đều kết tủa với 10 phần kali-natri cacbonat; phủ thêm một lớp lên trên. Đặt nắp chén, đưa vào lò nung. Lúc đầu nung ở nhiệt độ thấp, sau từ từ nâng nhiệt độ lên nóng đỏ; nung ở nhiệt độ này 5 phút. Lấy ra, để nguội. Chuyển chén vào cốc dung tích 600 ml có chứa sẵn 200 ml nước; đặt cốc bằng mặt kính đồng hồ. Cần thận thêm axit clohidric ( $d = 1,19$ ) đến có phản ứng axit. Rửa chén và nắp, lấy ra khỏi cốc, cô dung dịch đến khô, tiếp tục cô khô ở 135°C trong 1 giờ. Làm nguội cốc, tắm ướt muối bằng 20 ml axit clohidric ( $d = 1,19$ ); thêm 60 ml nước nóng, đun đến tan muối; lọc. Rửa kết tủa vài lần bằng axit clohidric (1:10) và ba lần bằng nước nóng. Chuyển kết tủa và giấy lọc vào chén cân platin, giữ lại. Dung dịch lọc thu được đem cô khô, tiến hành hòa tan muối, lọc rửa như phần trên. Gộp chung giấy lọc và kết tủa thu được vào chén cân platin trên. Cần thận đốt cháy giấy lọc, nung, cân và cô đuôi silic dioxyt bằng axit sunfuric và axit flohidric như đã trình bày ở phần 2.3.1. Nung lại lần thứ hai ở nhiệt độ không quá 800°C.

Khi tiến hành phân tích không dùng các dụng cụ thủy tinh mới.

## 3. PHƯƠNG PHÁP KHỐI LƯỢNG CLOHIDRIC

### 3.1. Nguyên tắc

Hòa tan mẫu trong axit clohidric. Cô dung dịch đến khô;

tiếp tục cô khô ở nhiệt độ 135°C. Xác định silic trong dạng silic dioxit.

### 3.2. Hóa chất

Axit clohidric ( $d = 1,19$ ), dung dịch (1:1) và (1:10);

Axit nitric ( $d = 1,40$ );

Axit sunfuric ( $d = 1,84$ ), dung dịch (1:3);

Axit flohidric, dung dịch 40%;

Kali sunfoxianua, dung dịch 5%;

Kali-natri cacbonat.

### 3.3. Cách tiến hành

Lấy lượng cân mẫu theo bảng 1, cho vào cốc dung tích 400 ml. Đun nóng hòa tan mẫu trong 30 ml axit clohidric ( $d = 1,19$ ). (Trường hợp mẫu khó tan, cho thêm một lượng axit clohidric đến bằng thể tích ban đầu). Cô dung dịch đến khô, tiếp tục cô thêm 1 giờ ở nhiệt độ 135°C. Làm nguội cốc, thêm 60 ml axit clohidric (1:1); đun nóng. Axit hóa dung dịch bằng từng giọt axit nitric đến ngừng phản ứng và xuất hiện kết tủa axit vonfamic màu vàng; cho dư 0,5 ml axit nitric. Đun nóng dung dịch đến có dạng sirô và xuất hiện muối. Pha loãng dung dịch bằng nước nóng đến thể tích 300 ml, khuấy đều. Lọc kết tủa silic qua giấy lọc định lượng chảy trung bình; thu dung dịch lọc vào cốc dung tích 600 ml; cọ rửa kết tủa silic bám trên thành cốc bằng đĩa thủy tinh đầu bọc cao su. Tráng cốc, rửa kết tủa và giấy lọc bằng axit clohidric (1:10) đến hết phản ứng sắt (thử bằng kali sunfoxianua). Cho kết tủa và giấy lọc vào chén cân platin, giữ lại. Dung dịch lọc thu được cho vào bát sứ, cô đến khô. Tầm ướt cặn khô bằng axit clohidric ( $d = 1,19$ ), tiếp tục cô khô ở nhiệt độ 135°C trong 1 giờ. Làm nguội bát, thêm 20 ml axit clohidric ( $d = 1,19$ ); đun nóng đến tan muối. Pha loãng dung dịch bằng nước đến thể tích 100 ml; lọc ngay kết tủa qua giấy lọc định lượng chảy trung bình; tiếp tục tiến hành như phần trên.

Gộp chung giấy lọc và kết tủa vào chén cân platin ở trên, sấy khô. Cần thận đốt cháy giấy lọc; nung ở nhiệt độ 1000 - 1100°C đến khi tách hoàn toàn molipden oxit, cặn.

Tầm ướt kết tủa bằng 3 - 5 giọt axit sunfuric (1:3) và 5 ml axit flohidric; cô đến hết khói trắng của lưu huỳnh trioxit. Nung kết tủa ở nhiệt độ không quá 800°C.

Trường hợp kết tủa có màu xanh lá mạ chứng tỏ có vonfam hóa trị thấp, trộn đều kết tủa bằng đũa hoặc sợi giấy platin để oxy hóa vonfam từ hóa trị thấp lên hóa trị cao. Nếu kết tủa không chuyển sang màu vàng thì chứng tỏ trong kết tủa có vanadi (V) hoặc cacbua. Nung chảy kết tủa với kali-natri cacbonat, sau đó tiến hành tách kết tủa silic như phần 2.3.4;

Khi tiến hành phân tích không dùng các dụng cụ thủy tinh mới.

#### 4. CÁCH TÍNH KẾT QUẢ

Hàm lượng silic (Si) trong mẫu tinh bằng phần trăm (%), theo công thức:

$$Si = \frac{(G_1 - G_2) \cdot 0,4675}{G} \cdot 100,$$

trong đó:

$G_1$  — khối lượng kết tủa silic dioxit và tạp chất, tính bằng g;

$G_2$  — khối lượng tạp chất, tính bằng g;

$G$  — lượng cân mẫu, tính bằng g;

0,4675 — hệ số chuyển từ silic dioxit sang silic.

#### 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 2. Nếu lớn hơn phải xác định lại. Kết quả cuối cùng là trung bình cộng của ba kết quả xác định song song.

Bảng 2

Hàm lượng silic, %		Chênh lệch cho phép, % (tuyệt đối)
	Đến 0,10	0,020
Trên 0,10	» 0,20	0,026
» 0,20	» 0,50	0,035
» 0,50	» 1,00	0,050
» 1,00	» 4,00	0,10
Trên 4,00		0,15

## 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