

Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt nam	<b>GANG THÉP</b>	TCVN 1815 - 76
Ủy ban Khoa học và Kỹ thuật Nhà nước	Phương pháp phân tích hóa học Xác định hàm lượng photpho	Nhóm B
Cục Tiêu chuẩn		

### 1. QUY ĐỊNH CHUNG

Theo TCVN 1811 - 76.

### 2. NGUYÊN TẮC

Hòa tan mẫu bằng hỗn hợp axit nitric và axit clohidric. Tách photpho vào dạng kết tủa amoni photpho molipdat. Hòa tan kết tủa trong amoni hydroxyt; kết tủa ion molipdat bằng chì axetat. Lọc, sấy, nung, cân kết tủa nhận được. Tính chuyển sang photpho.

### 3. HÓA CHẤT

- Axit nitric ( $d = 1,40$ ), dung dịch (1 : 1); (2 : 3); (5 : 95);
- Axit clohidric ( $d = 1,19$ ), dung dịch (1 : 1); (1 : 2); (2 : 98); (5 : 95);
- Axit pecloric, dung dịch 60 %;
- Axit flohidric, dung dịch 40 %;
- Axit bromic ( $d = 1,49$ );
- Natri cacbonat;
- Amoni thioxianat, dung dịch 5 %;
- Sắt (III) clorua, dung dịch 10 %;
- Amoni hydroxyt ( $d = 0,91$ ), dung dịch (1 : 2); (5 : 95);
- Kali pemanganat, dung dịch 4 %;
- Natri nitrit, dung dịch 30 %;
- Kali nitrat, dung dịch 3 %;
- Amoni nitrat;

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

Hydroxilamin clorua hoặc hydroxilamin sunfat, dung dịch 10 % ;

Amoni axetat, dung dịch 25 % ;

Chi axetat, dung dịch 4 % ;

Amoni clorua ;

Amoni molipdat, dung dịch, cách pha như sau : hòa tan 300 g amoni molipdat trong 2 lit axit nitric ( $d = 1,40$ ). Thêm 1 g amoni photphat ; khuấy đều. Để lắng 24 giờ ; lọc kết tủa ;

Hỗn hợp rửa : rót 20 ml axit nitric ( $d = 1,40$ ) vào 980 ml nước ; thêm 50 g amoni nitrat, khuấy, lọc cạn.

#### 4. CÁCH TIẾN HÀNH

Lấy lượng cân mẫu theo bảng 1 :

Bảng 1

Hàm lượng photpho, %		Lượng cân mẫu, g
	Đến 0,03	4,0
Trên 0,03	» 0,08	3,0
» 0,08	» 0,25	2,0
» 0,25	» 0,40	1,0
» 0,40		0,5

Khi hàm lượng photpho lớn hơn các giá trị nêu ở bảng 1, tiến hành phân tích lấy từ một phần dung dịch tương đương với các giá trị trong bảng 1.

##### 4.1. Hòa tan mẫu

4.1.1. Gang thép không chứa titan, xiriconi, vonfam, asen, molipden

Hòa tan mẫu trong 15 ml axit nitric (1 : 1) và 30 ml axit clohidric ( $d = 1,19$ ) trong cốc dung tích 400 ml ; đun nóng nhẹ. Bốc hơi dung dịch đến khô. Để nguội ; thêm vào cạn khô 15 ml axit clohidric ( $d = 1,19$ ) ; bốc hơi tiếp đến khô. Sấy cạn khô ở 130 — 135°C để loại axit clohidric. Nếu cachua trong mẫu không tan hoặc lượng silic trên 0,5 % thì thêm vào dung dịch 10 — 15 ml axit pecloric 60 %. Đậy cốc bằng mặt kính đồng hồ ; bốc hơi tiếp đến xuất hiện khói đặc. Để

nguội. Cần thận thêm 20 ml axit clohidric ( $d = 1,19$ ); 80 ml nước nóng; đun đến tan muối. Lọc qua giấy lọc định lượng có chứa giấy lọc vụn vào bình nón dung tích 300 - 500 ml. Rửa kết tủa và cốc 4 - 5 lần bằng axit clohidric (5 : 95) nóng, sau đó, rửa lại 3 - 4 lần bằng nước nóng. Vứt bỏ giấy lọc và kết tủa. Thêm 20 ml axit nitric ( $d = 1,40$ ) vào dung dịch lọc. Bốc hơi đến thể tích nhỏ nhất mà muối không bị tách ra. Thêm tiếp 20 ml axit nitric ( $d = 1,40$ ); tiếp tục bốc hơi; thêm 15 ml axit nitric ( $d = 0,40$ ); 80 ml nước nóng; giữ dung dịch để phân tích.

#### 4.1.2. Gang thép chứa titan hoặc xiriconir trên 0,1 %

Tiến hành như phần 4.1.1. đến giai đoạn lọc kết tủa. Sấy kết tủa và giấy lọc; cho vào chén bạch kim; hóa tro; nung ở nhiệt độ 500 - 550° C. Lấy ra; thêm 2 - 3 ml axit nitric (1 : 1); 5 - 10 ml axit flohidric 40 %; cần thận bốc hơi đến khô. Sấy khô; lấy ra; thêm 2 - 3 g natri cacbonat; đem nung chảy. Hòa tan khối chảy bằng 80 ml nước trong cốc dung tích 100 - 150 ml; dùng nước rửa chén. Đun nóng dung dịch đến 70 - 80° C; giữ yên 15 phút. Lọc qua giấy lọc định lượng trên có giấy lọc vụn vào bình chứa dung dịch đã thu được sau khi hòa tan mẫu bằng axit. Rửa kết tủa vài lần bằng nước nóng; bỏ kết tủa và giấy lọc. Tiếp tục tiến hành như đã trình bày ở phần 4.1.1. (thêm 20 ml axit nitric ( $d = 1,40$ )...)

#### 4.1.3. Gang thép chứa vonfam

Tiến hành như ở phần 4.1.1. đến khi axit silic chuyển vào dạng không tan. Thêm vào cặn khô 20 ml axit clohidric ( $d = 1,19$ ); 80 ml nước nóng; đun đến tan muối. Lọc qua giấy lọc định lượng có giấy lọc vụn. Rửa kết tủa 4 - 5 lần bằng axit clohidric (5 : 95) nóng; rửa lại 3 - 4 lần bằng nước nóng. Thêm 20 ml axit nitric ( $d = 1,40$ ) vào dung dịch lọc; bốc hơi đến thể tích nhỏ nhất mà muối không bị tách ra. Bốc hơi lần thứ hai với 20 ml axit nitric ( $d = 1,40$ ); thêm 15 ml axit nitric ( $d = 1,40$ ); 80 ml nước nóng; đun đến tan muối. Giữ dung dịch để phân tích.

Nếu trong mẫu có axit vonfamíc, tách ra, lọc và rửa như phần 4.1.2. Nung kết tủa axit vonfamíc trong chén platin và loại axit silic như phần 4.1.1. Nung chảy bã trong

chén bằng 3 — 5 g natri cacbonat. Hòa tan khối chảy bằng 80 ml nước nóng trong cốc dung tích 250 ml. Dùng axit nitric hòa dung dịch lọc đến môi trường axit; thêm 2 ml sắt (III) clorua; 10 — 15 ml amoni hydroxyt ( $d = 0,91$ ); đun lượng chứa trong cốc đến sôi, lọc qua giấy lọc định lượng. Rửa kết tủa 2 — 3 lần bằng amoni hydroxyt (5 : 95) nóng. Hòa tan kết tủa trên giấy lọc bằng 10 — 15 ml axit nitric (2 : 3) nóng. Rửa giấy lọc vài lần bằng nước nóng. Gộp dung dịch thu được với dung dịch chính để bốc hơi với axit nitric ( $d = 1,40$ ) như trên

#### 4.1.4. Gang thép chứa arsen trên 0,05 %

Hòa tan mẫu bằng 15 ml axit nitric (1 : 1) và 30 ml axit clohidric ( $d = 1,19$ ) trong cốc dung tích 400 ml. Đun nóng nhẹ đến tan mẫu. Bốc hơi đến khô; làm lạnh. Thêm 15 ml axit clohidric ( $d = 1,19$ ); bốc hơi lần thứ hai đến khô rồi sấy ở 130 — 135°. Để nguội; thêm 50 ml axit clohidric (1 : 2); đun đến tan muối. Thêm 30 — 40 ml axit bromic; bốc hơi đến khô. Thêm 30 — 40 ml axit clohidric ( $d = 1,19$ ); bốc hơi lần hai với 30 — 40 ml axit bromic đến khi tạo ra muối; thêm 10 ml axit clohidric. Pha loãng bằng 50 ml nước nóng, đun đến tan muối. Lọc qua giấy lọc định lượng; rửa kết tủa axit silic và grafit bằng axit clohydric (2 : 98).

Thêm vào dung dịch lọc 20 ml axit nitric ( $d = 1,40$ ); bốc hơi đến thể tích nhỏ nhất mà muối không bị tách ra. Bốc hơi lần thứ hai cũng với 20 ml axit nitric ( $d = 1,40$ ); sau đó thêm 15 ml axit nitric ( $d = 1,40$ ); 80 ml nước nóng. Dung dịch giữ lại để phân tích.

#### 4.1.5. Gang thép chứa molipden trên 1 %

Tiến hành như phần 4.1.1. đến khi tách loại axit silic. Dung dịch thu được bốc hơi đến khoảng 200 ml. Trung hòa dung dịch theo giấy quỳ bằng amoni hydroxyt ( $d = 0,91$ ); cho dư 10 ml. Đun nóng dung dịch, sục hydro sunfua trong 30 phút. Axit hóa dung dịch bằng axit clohidric (1 : 1); cho dư một ít. Lọc kết tủa molipden sunfua còn lại qua giấy lọc định lượng; rửa bằng axit clohidric (2 : 98) đến khi không còn phản ứng của hydro sunfua. Bốc hơi dung dịch đến thể tích nhỏ nhất mà muối không bị tách ra. Thêm 20 ml axit

nitric ( $d = 1,40$ ); bốc hơi; lặp lại quá trình bốc hơi với 20 ml axit nitric lần thứ hai. Sau đó thêm 15 ml axit nitric ( $d = 1,40$ ); 80 ml nước nóng; giữ dung dịch để phân tích.

#### 4.2. Kết tủa amoni photpho molipdat

Chuyển dung dịch thu được ở phần 4.1. vào bình nón dung tích 300 ml; đun đến gần sôi. Nhỏ từng giọt dung dịch kali pemanganat 4% đến khi có màu hồng (hơn 5 ml). Đun sôi đến khi tạo kết tủa mangan (IV). Nhỏ giọt natri nitrit đến khi tan kết tủa. Bốc hơi dung dịch đến khoảng 40 ml. Thêm amoni hydroxyt ( $d = 0,91$ ) đến xuất hiện kết tủa sắt (III) hydroxyt, không tan khi lắc bình. Hòa tan kết tủa bằng vài giọt axit nitric ( $d = 1,40$ ); cho dư 5 ml. Thêm 15 g amoni nitrat, lắc đến tan muối.

Trong khi mẫu có vanadi, làm lạnh dung dịch đến nhiệt độ phòng. Thêm 15 ml hydroxilamin clorua hoặc hydroxilamin sunfat; đun nóng dung dịch đến 50 - 60°C; thêm tiếp 5 ml nữa và 50 ml amoni molipdat. Đậy bình bằng nút cao su, lắc mạnh trong 2 - 3 phút, giữ ở nhiệt độ 30 - 35°C trong 2 - 3 giờ. Làm nguội. (Khi trong mẫu không có vanadi, đun nóng dung dịch đến 50 - 60°C; thêm 50 ml amonimolipdat; đậy bình bằng nút cao su; lắc mạnh 2 - 3 phút; giữ dung dịch ở nhiệt độ 30 - 35°C trong 2 - 3 giờ). Lọc kết tủa lên giấy lọc định lượng chảy vừa có giấy lọc vụn. Rửa bình và kết tủa bằng hỗn hợp rửa đến hết sắt (thử bằng amoni thioxianat); rửa lại vài lần bằng kali nitrat.

#### 4.3. Hòa tan kết tủa amoni photpho molipdat và chuyển vào dạng chi molipdat.

Sau khi rửa sạch kết tủa, hòa tan trên giấy lọc bằng 15 ml amoni hydroxyt (1:2) nóng (thêm mỗi lần 3 - 4 ml). Rửa giấy lọc 2 - 3 lần bằng nước nóng. Thu dung dịch nhận được vào cốc dung tích 400 ml; đun đến bắt đầu sôi. Thêm 5 - 7 ml axit clohidric, 10 ml chi axetat. Đồng thời đun nóng 50 ml dung dịch amoni axetat trong một cốc khác; Thêm vào đó 10 g amoni clorua. Khi cả hai cốc bắt đầu sôi thì đổ dung dịch amoni axetat vào cốc chứa photpho molipdat. Tráng cốc 2 - 3 lần bằng nước nóng và gộp với dung dịch chính. Để lắng dung dịch trên bếp ấm trong 20 - 30 phút.

Lọc kết tủa chì molipdat lên giấy lọc định lượng chảy chậm trên có giấy lọc vụn. Rửa kết tủa bằng nước nóng đến hết ion chì (thử bằng giấy báo hòa kali iodua).

Cho kết tủa và giấy lọc vào chén sứ đã cân trước, sấy và nung ở nhiệt độ không quá 650°C trong 25 — 30 phút. Lấy ra, để nguội, cân. Tiếp tục nung đến khối lượng không đổi, cân.

### 5. CÁCH TÍNH KẾT QUẢ

Hàm lượng photpho trong mẫu (P) tính bằng phần trăm, theo công thức :

$$P = \frac{(G_1 - G_2) \cdot 0,00704}{G} \cdot 100$$

trong đó :

- $G_1$  — khối lượng kết tủa chì molipdat của mẫu thí nghiệm, tính bằng  $g$ ;
- $G_2$  — khối lượng kết tủa chì molipdat của mẫu trắng, tính bằng  $g$ ;
- $G$  — lượng cân mẫu, tính bằng  $g$ ;
- 0,00704 — hệ số chuyển từ chì molipdat sang photpho.

### 6. 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 photpho, %		Chênh lệch cho phép, % (tuyệt đối)
	Đến 0,03	0,003
Trên 0,03	» 0,10	0,005
» 0,10	» 0,20	0,01
» 0,20	» 0,50	0,03
» 0,50	» 1,00	0,04
» 1,00		0,06

## 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