

Cộng hòa xã hội
chủ nghĩa Việt nam

Ủy ban Khoa học và
kỹ thuật nhà nước

Cục Tiêu chuẩn

GANG THÉP

Phương pháp phân tích hóa học
Xác định hàm lượng lưu huỳnh

TCVN
1820 — 76

Nhóm B

1. QUY ĐỊNH CHUNG

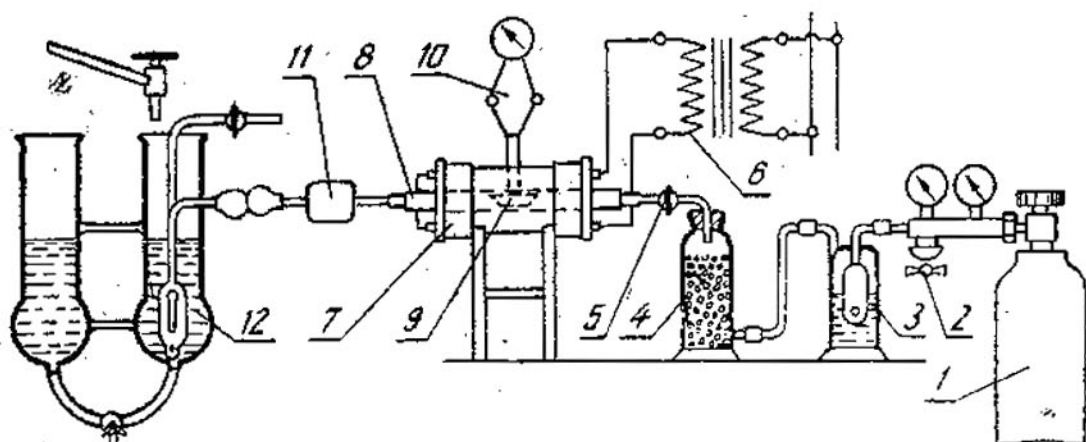
Theo TCVN 1811 — 76.

2. NGUYÊN TẮC

Đốt mẫu trong dòng oxy ở nhiệt độ thích hợp để oxy hóa lưu huỳnh đến lưu huỳnh dioxit. Hấp thụ lưu huỳnh dioxit bằng nước; chuẩn độ dung dịch thu được bằng dung dịch iot với chỉ thị hồ tinh bột. Hoặc hấp thụ bằng hydro peoxyt và chuẩn độ bằng natri hydroxyt với hỗn hợp chỉ thị metyla đỏ và metyla xanh.

3. THIẾT BỊ VÀ HÓA CHẤT

3.1. Xác định lưu huỳnh bằng thiết bị như sơ đồ sau:



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

1. Bình chứa oxy ;
2. Đồng hồ và van điều chỉnh tốc độ dòng oxy ;
3. Bình chứa dung dịch kali pemanganat 4%, pha trong dung dịch natri hydroxyt 40% ;
4. Tháp làm khô oxy ; phần dưới chứa canxi clorua khan, phần trên là vôi tôi xút, ngăn cách nhau bằng một lớp bông thủy tinh sạch ;
5. Khóa thủy tinh hai hoặc ba nhánh, để điều chỉnh dòng oxy sạch vào lò ;
6. Biến trở, để điều chỉnh nhiệt độ lò ;
7. Lò điện, bảo đảm nhiệt độ đến 1350°C ;
8. Ống sứ không tráng men, đường kính trong : 18—20mm ; chiều dài sao cho mỗi đầu ở ngoài lò không ngắn hơn 180 — 200 mm ; hai đầu bịt kín bằng cao su mềm ;
9. Thuyền sứ không tráng men : dài 70 — 130 mm, rộng 7 — 12 mm, cao 5 — 10 mm. Trước khi dùng thuyền phải nung ở 1200 — 1350°C, bảo quản trong bình hút ẩm ;
10. Cặp nhiệt điện, được nối với đồng hồ điện, để kiểm tra nhiệt độ lò ;
11. Ống hút bụi, chứa bông thủy tinh sạch ;
12. Bình hấp thụ và chuẩn độ.

3.2. Hóa chất và dung dịch dùng khi chuẩn độ bằng iot

Dung dịch chuẩn độ iot 0,005 N : hòa tan 2,5 g kali iodua trong 20 ml nước. Thêm 0,635 g iot ; lắc đến tan hoàn toàn. Chuyển sang bình định mức dung tích 1 lít, thêm nước đến vạch, lắc kỹ. Bảo quản dung dịch trong bình thủy tinh màu nâu.

Độ chuẩn của dung dịch iot được xác định bằng phương pháp đốt mẫu tiêu chuẩn gang hoặc thép chứa hàm lượng lưu huỳnh và thành phần hóa học tương tự như mẫu thí nghiệm. Tiến hành đốt và chuẩn độ trong những điều kiện như đối với mẫu thí nghiệm.

Độ chuẩn (Ts) của dung dịch iot được tính theo công thức :

$$T_s = \frac{C}{V}$$

trong đó:

C — lượng lưu huỳnh chứa trong mẫu tiêu chuẩn, tính bằng g;

V — thể tích dung dịch iot tiêu tốn khi chuẩn độ, tính bằng ml.

Dung dịch natri thiosunfat 0,005 N: hòa tan 1,25 g natri thiosunfat trong 50 ml nước, thêm 0,05 g natri cacbonat, pha loãng bằng nước đến 1 lít. Xác định nồng độ dung dịch natri thiosunfat bằng dung dịch iot trên với chỉ thị hồ tinh bột sao cho 1 ml dung dịch iot tương đương với 1 ml natri thiosunfat.

Hồ tinh bột, dung dịch 10 g/l: nghiền tan 2 g hồ tinh bột trong 10 ml nước. Sau đó thêm 190 ml nước sôi. Đun sôi dung dịch 2 phút. Để nguội, thêm 2 — 3 giọt dung dịch iot 0,005 N; lắc đều.

Thiếc hoặc đồng, tinh khiết hóa học, dạng phoi hoặc hạt nhỏ.

3.3. Hóa chất và dung dịch dùng khi chuẩn độ bằng natri hydroxyt.

Hydropeoxyt, dung dịch 1%: pha loãng 34 ml hydro peoxyt 30% bằng nước sôi để nguội đến 1 l. Trung hòa dung dịch bằng natri hydroxyt với chỉ thị metyla đỏ.

Natri hydroxyt, dung dịch 0,02 N: hòa tan 20 g natri hydroxyt trong 500 ml nước sôi để nguội. Lấy ra 20 ml, pha loãng bằng nước sôi để nguội đến 1 l. Xác định độ chuẩn của dung dịch natri hydroxyt bằng phương pháp đốt mẫu tiêu chuẩn gang hoặc thép có hàm lượng lưu huỳnh và thành phần hóa học tương tự như mẫu thí nghiệm. Tiến hành đốt và chuẩn độ trong những điều kiện như đối với mẫu thí nghiệm.

Độ chuẩn của dung dịch natri hydroxyt (T_s) được tính theo công thức:

$$T_s = \frac{C}{V}$$

trong đó:

C — lượng lưu huỳnh chứa trong mẫu tiêu chuẩn, tính bằng g;

V — thể tích dung dịch natri hydroxyt tiêu tốn trong quá trình chuẩn độ, tính bằng ml.

Metyla đỏ, dung dịch 1 g/l: hòa tan 0,1 g metyla đỏ trong 50 ml rượu etylic. Pha loãng bằng nước đến 100 ml, lọc;

Hỗn hợp chỉ thị (thuốc thử ta-si-pô): gồm 100 ml dung dịch metyla đỏ 0,3 g/l trong rượu và 15 ml dung dịch metyla xanh 1 g/l.

Thiếc hay đồng, tinh khiết hóa học, dạng phoi hoặc hạt nhỏ.

4. CÁCH TIẾN HÀNH

4.1. Đốt mẫu

Lấy lượng cân mẫu theo bảng 1

Bảng 1

Hàm lượng lưu huỳnh, %	Lượng cân mẫu, g
Dưới 0,01	1
Từ 0,01 đến 0,07	0,5
» 0,07 » 0,15	0,25

cho vào thuyền sứ, thêm 0,25 – 0,5 g chất chảy thiếc hoặc đồng. Đẩy thuyền vào giữa ống sứ trong lò điện; bịt kín hai đầu ống sứ. Nung mẫu và chất chảy ở nhiệt độ 1350°C (đối với thép và gang hợp kim cao); hoặc 1300°C (đối với thép và gang hợp kim thấp, trung bình và thường) trong thời gian 1/2 – 1 phút không có oxy. Sau đó thông oxy đã được làm khô qua lò với tốc độ khoảng 2,5 l/phút. Hỗn hợp khí thu được cho qua bình chuẩn độ.

4.2. Chuẩn độ bằng dung dịch iot

Trước khi đốt mẫu cho vào bình chuẩn độ và bình phụ mỗi bên 60 – 70 ml nước và 10 ml dung dịch hồ tinh bột. Nhỏ vài giọt dung dịch iot đến xuất hiện màu xanh nhạt trong cả hai bình. Trong khi đốt mẫu, cho nhỏ giọt iot từ ống chuẩn độ vào bình chuẩn, sao cho dung dịch trong bình có cường độ màu giảm nhưng luôn có màu trong suốt thời gian đốt. Khi màu trong bình chuẩn ổn định và tương tự với màu của bình phụ thì ngừng nhỏ giọt iot. Sau đó tiếp tục thông oxy

1 phút. Nếu màu của dung dịch không thay đổi thì kết thúc quá trình chuẩn độ. Trường hợp màu của dung dịch trong bình chuẩn đậm hơn màu của bình phụ, thêm dung dịch thiosunfat đến khi màu của cả hai bình đồng nhất.

4.3. Chuẩn độ bằng dung dịch natri hydroxyt

Trước khi đốt mẫu, cho vào bình chuẩn độ và bình phụ mỗi bên 60 ml nước sôi để nguội và 10 ml dung dịch hydro peoxyt 1% ; 3 - 5 giọt metyla đỏ hoặc thuốc thử ta-si-pô. Sau khi thông oxy được 3 phút, chuẩn độ axit sunfuric tạo thành bằng dung dịch natri hydroxyt 0,02 N (vẫn tiếp tục thông oxy). Khi màu dung dịch ở bình chuẩn giống màu của bình phụ thì ngưng nhỏ natri hydroxyt. Sau đó lại tiếp tục thông oxy 1 phút. Nếu màu của dung dịch không thay đổi thì kết thúc quá trình chuẩn độ. Trường hợp màu của dung dịch trong bình chuẩn đậm hơn màu của bình phụ, nhỏ dung dịch axit sunfuric 0,02 N đến khi màu của cả hai bình đồng nhất.

5. CÁCH TÍNH KẾT QUẢ

Hàm lượng lưu huỳnh trong mẫu (S) tính bằng phần trăm (%), theo công thức:

$$S = \frac{(V - P \cdot V_1) \cdot T_s}{G} \cdot 100$$

trong đó:

- V — thể tích dung dịch iot hoặc natri hydroxyt tiêu tốn khi chuẩn độ mẫu thí nghiệm, tính bằng ml ;
- V₁ — thể tích dung dịch thiosunfat hoặc axit sunfuric tiêu tốn khi chuẩn độ để cân bằng màu trong trường hợp màu của hai bình không đồng nhất, tính bằng ml ;
- T_s — độ chuẩn dung dịch iot hoặc natri hydroxyt, tính bằng số g lưu huỳnh trong 1 ml dung dịch ;
- G — lượng cân mẫu, tính bằng g ;
- P — hệ số nồng độ giữa dung dịch iot với dung dịch thiosunfat hoặc giữa dung dịch natri hydroxyt với axit sunfuric 0,02 N khi chuẩn độ.

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 lưu huỳnh, %		Chênh lệch cho phép, % (tuyệt đối)
	Đến 0,02	0,002
Trên	0,02 » 0,05	0,004
»	0,05 » 0,10	0,006
»	0,10	0,010

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