

**TCVN 10420:2014
ISO 3425:1975**

Xuất bản lần 1

**LƯU HUỖNH SỬ DỤNG TRONG CÔNG NGHIỆP –
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG TRO Ở 850 °C ĐẾN 900 °C VÀ
CẶN Ở 200 °C**

*Sulphur for industrial use –
Determination of ash at 850 °C – 900 °C and of residue at 200 °C*

Lời nói đầu

TCVN 10420:2014 hoàn toàn tương đương với ISO 3425:1975. ISO 3425:1975 đã được rà soát và phê duyệt lại vào năm 2012, với bố cục và nội dung không thay đổi.

TCVN 10420:2014 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC47 *Hóa học* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Lưu huỳnh sử dụng trong công nghiệp – Xác định hàm lượng tro ở 850 °C đến 900 °C và cặn ở 200 °C

Sulphur for industrial use – Determination of ash at 850 °C - 900 °C and of residue at 200 °C

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng tro ở 850 °C đến 900 °C và phương pháp xác định hàm lượng cặn ở 200 °C của lưu huỳnh sử dụng trong công nghiệp.

Các phương pháp quy định có thể áp dụng đối với lưu huỳnh sử dụng trong công nghiệp chứa ít nhất 98 % lưu huỳnh ở dạng nguyên tố S biểu thị bằng phần trăm khối lượng sản phẩm khô, nghĩa là sản phẩm được sấy khô ở 80 °C trong 2 h.

CHÚ THÍCH: Sự chênh lệch giữa hàm lượng tro ở 850 °C đến 900 °C và cặn ở 200 °C, biểu thị bằng phần trăm khối lượng sản phẩm khô, tương ứng với hàm lượng “chất bitum không bay hơi” tại 200 °C.

2 Xác định hàm lượng tro ở 850 °C đến 900 °C

2.1 Nguyên tắc

Đốt từ từ phần mẫu thử lưu huỳnh khô trong không khí. Nung trong lò nung tại nhiệt độ 850 °C đến 900 °C, sau đó cân.

2.2 Thiết bị, dụng cụ

Thiết bị, dụng cụ thông thường trong phòng thử nghiệm và thiết bị, dụng cụ sau:

2.2.1 Đĩa silic dioxit, loại có thành cao.

2.2.2 Bếp điện, (hoặc đèn Bunsen và giá nung bằng vật liệu chịu lửa).

2.2.3 Lò nung điện, có khả năng kiểm soát tại nhiệt độ từ 850 °C đến 900 °C.

2.3 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu

Lấy mẫu theo TCVN 1694:2009 (ISO 8213:1986) *Sản phẩm hóa học sử dụng trong công nghiệp – Kỹ thuật lấy mẫu – Sản phẩm hóa học rắn ở dạng hạt từ bột đến tảng thô*.

TCVN 10420:2014

Chuẩn bị mẫu thử bằng cách nghiền mẫu phòng thử nghiệm, nếu cần, đến cỡ hạt nhỏ hơn 2 mm, và sau đó sấy khô trong tủ sấy ở nhiệt độ 80 °C trong 2 h.

2.4 Cách tiến hành

2.4.1 Phần mẫu thử

Cân khoảng 50 g mẫu thử (2.3), chính xác đến 0,001 g, cho vào đĩa (2.2.1), đã được nung trước ở nhiệt độ 850 °C đến 900 °C, làm nguội trong bình hút ẩm và cân chính xác đến 0,001 g.

2.4.2 Phép xác định

Đặt đĩa chứa phần mẫu thử (2.4.1) lên bếp điện (2.2.2) (hoặc lên giá nung bằng vật liệu chịu lửa được đặt phía trên của đầu đèn Bunsen) và làm lưu huỳnh nóng chảy từ từ. Khi lưu huỳnh nóng chảy hoàn toàn, đun với ngọn lửa nhỏ (ví dụ, khi dùng đèn Bunsen). Điều chỉnh tốc độ gia nhiệt để lưu huỳnh cháy từ từ (nhiệt độ chỉ đủ để duy trì sự cháy) và hoàn toàn (thời gian đốt: từ 3 h đến 4 h).

Nung nóng đĩa và cặn thu được từ việc đốt cháy lưu huỳnh trong lò nung (2.2.3), kiểm soát ở nhiệt độ 850 °C đến 900 °C. Làm nguội trong bình hút ẩm và cân chính xác đến 0,001 g. Lặp lại thao tác nung trong lò nung và cân đến khi khối lượng đĩa và cặn giữa hai lần cân liên tiếp chênh lệch nhau không vượt quá 0,005 g.

2.5 Biểu thị kết quả

Hàm lượng tro, tính bằng phần trăm khối lượng của sản phẩm khô, theo công thức:

$$\frac{m_1}{m_0} \times 100$$

trong đó

m_0 là khối lượng của phần mẫu thử, tính bằng gam;

m_1 là khối lượng của cặn sau khi nung, tính bằng gam

Biểu thị kết quả đến ba chữ số thập phân.

2.6 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải bao gồm các thông tin cụ thể sau:

- Viện dẫn tiêu chuẩn này;
- Biểu thị kết quả và phương pháp sử dụng;
- Bất kỳ đặc điểm bất thường nào trong quá trình xác định;
- Thao tác bất kỳ không bao gồm trong tiêu chuẩn này hoặc coi như một lựa chọn.

3 Xác định cặn ở 200 °C

3.1 Nguyên tắc

Làm bay hơi từ từ chất dễ bay hơi và lưu huỳnh có trong phần mẫu thử tại nhiệt độ 200 °C trong môi trường khí nitơ, sau đó cân cặn còn lại.

3.2 Thiết bị, dụng cụ

Thiết bị, dụng cụ thông thường trong phòng thử nghiệm và thiết bị, dụng cụ sau:

3.2.1 Thuyền nung, diện tích bề mặt khoảng 50 cm² (ví dụ, thuyền đốt bằng sứ có kích thước 80 mm x 60 mm).

3.2.2 Tủ sấy điện, có khả năng kiểm soát tại nhiệt độ 200 °C ± 10 °C.

3.2.3 Chai chứa khí nitơ, có trang bị van điều áp.

3.2.4 Chai rửa khí, dung tích 200 mL, ba phần tư chai chứa acid sulfuric (ρ khoảng 1,84 g/mL).

3.3 Chuẩn bị mẫu

Xem 2.3.

3.4 Cách tiến hành

3.4.1 Phần mẫu thử

Cân khoảng 2 g mẫu thử (3.3), chính xác đến 0,0002 g, cho vào trong thuyền nung (3.2.1), đã được sấy khô trước ở nhiệt độ 200 °C, làm nguội trong bình hút ẩm và cân chính xác đến 0,0002 g.

3.4.2 Phép xác định

Đưa dòng khí nitơ vào trong tủ sấy (3.2.2), kiểm soát tại nhiệt độ 200 °C ± 10 °C. Để thực hiện việc này, ống thủy tinh có thể được lắp vào vị trí lấy không khí tại phần đáy của tủ sấy và được nối với chai rửa khí (3.2.4) bằng ống cao su, sau đó nối với van điều áp của chai chứa khí nitơ (3.2.3). Điều chỉnh lưu lượng nitơ từ 2 đến 3 bong bóng trên giây.

Đặt thuyền nung có phần mẫu thử (3.4.1) vào trong tủ sấy điện (3.2.2), kiểm soát tại nhiệt độ 200 °C ± 10 °C, và nung cho đến khi đạt khối lượng không đổi, quá trình này sẽ cần khoảng 10 h. Lấy thuyền nung ra khỏi tủ sấy, để nguội trong bình hút ẩm và cân chính xác đến 0,0002 g. Đặt lại thuyền nung vào trong tủ sấy và lặp lại các thao tác trên cho đến khi kết quả hai lần cân liên tiếp chênh lệch nhau không vượt quá 0,001 g.

3.5 Biểu thị kết quả

Cặn ở 200 °C, biểu thị bằng phần trăm khối lượng của sản phẩm khô, được tính theo công thức:

$$\frac{m_3}{m_2} \times 100$$

TCVN 10420:2014

trong đó

m_2 là khối lượng của phần mẫu thử, tính bằng gam;

m_3 là khối lượng của cặn ở nhiệt độ 200 °C, tính bằng gam.

3.6 Báo cáo thử nghiệm

Xem 2.6.

Phụ lục A

(Tham khảo)

Các tiêu chuẩn liên quan đến lưu huỳnh sử dụng trong công nghiệp

TCVN 10420 (ISO 3425), *Lưu huỳnh sử dụng trong công nghiệp – Xác định hàm lượng tro ở 850 °C đến 900 °C và cặn ở 200 °C.*

TCVN 10421 (ISO 3426), *Lưu huỳnh sử dụng trong công nghiệp – Xác định hao hụt khối lượng ở 80 °C.*

TCVN 10422 (ISO 3704), *Lưu huỳnh sử dụng trong công nghiệp – Xác định độ axit – Phương pháp chuẩn độ.*

TCVN 10423 (ISO 3705), *Lưu huỳnh sử dụng trong công nghiệp – Xác định hàm lượng asen – Phương pháp đo quang bạc diethyldithiocarbamat.*

ISO 2866, *Sulphur for industrial use – Determination of total carbon content – Titrimetric method (Lưu huỳnh sử dụng trong công nghiệp – Xác định hàm lượng cacbon tổng – Phương pháp chuẩn độ).*
