

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

**TCVN 10423:2014
ISO 3705:1976**

Xuất bản lần 1

**LƯU HUỖNH SỬ DỤNG TRONG CÔNG NGHIỆP –
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG ASEN –
PHƯƠNG PHÁP ĐO QUANG BẠC DIETYLDITHIOCARBAMAT**

*Sulphur for industrial use – Determination of arsenic content –
Silver diethyldithiocarbamate photometric method*

HÀ NỘI – 2014

Lời nói đầu

TCVN 10423:2014 hoàn toàn tương đương với ISO 3705:1976. ISO 3705:1976 đã được rà soát và phê duyệt lại vào năm 2012, với bố cục và nội dung không thay đổi.

TCVN 10423:2014 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 arsen – Phương pháp đo quang bạc dietyldithiocacbamate

Sulphur for industrial use – Determination of arsenic content – Silver diethyldithiocarbamate photometric method

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp đo quang bạc dietyldithiocacbamate để xác định hàm lượng arsen của lưu huỳnh sử dụng trong công nghiệp.

Phương pháp này có thể áp dụng cho sản phẩm có hàm lượng arsen lớn hơn hoặc bằng 0,5 mg/kg.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau đây rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi, bổ sung (nếu có).

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.*

ISO 2590, *General method for the determination of arsenic – Silver diethyldithiocarbamate photometric method (Phương pháp chung để xác định arsen – Phương pháp đo quang bạc dietyldithiocacbamate).*

3 Nguyên tắc

Hòa tan phần mẫu thử trong cacbon tetraclorea. Oxy hóa bằng brom và axit nitric.

Xác định hàm lượng arsen bằng phương pháp quy định trong ISO 2590.

4 Thuốc thử

Xem Điều 4 của ISO 2590.

Tuy nhiên, thay thế thuốc thử 4.1 (axit clohydric) bằng

TCVN 10423:2014

4.1 Axit sulfuric, dung dịch khoảng 15 N.

Ngoài ra, thêm các thuốc thử sau:

4.9 Brom, dung dịch chứa ba phần cacbon tetraclorea và hai phần brom (theo thể tích).

4.10 Axit nitric, ρ khoảng 1,40 g/mL, dung dịch khoảng 68 % (theo khối lượng).

5 Thiết bị, dụng cụ

Xem Điều 5 của ISO 2590.

6 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu thử

Lấy mẫu theo TCVN 1694:2009 (ISO 8213:1986).

Chuẩn bị mẫu thử từ mẫu phòng thử nghiệm bằng cách sấy khô đủ lượng mẫu trong 2 h trong tủ sấy duy trì ở nhiệt độ khoảng 80 °C. Sau khi làm nguội trong bình hút ẩm, nghiền cho đến khi hạt mẫu lọt qua sàng có kích thước lỗ danh nghĩa 630 μm .

7 Cách tiến hành

CẢNH BÁO: Pyridin độc và có mùi khó chịu, do vậy phải xử lý cẩn thận và tiến hành trong tủ hút thông gió tốt.

7.1 Phần mẫu thử và chuẩn bị dung dịch thử

Cân khoảng 5 g mẫu thử (Điều 6), chính xác đến 0,1 g, cho vào trong cốc có dung tích phù hợp (ví dụ 400 mL).

Trong tủ hút thông gió tốt, thêm 20 mL dung dịch brom (4.9). Để yên khoảng 45 min, sau đó thêm từng giọt, vừa thêm vừa khuấy nhẹ, 25 mL dung dịch axit nitric (4.10). Trong thao tác này, làm lạnh cốc trong hỗn hợp đá/nước để ngăn ngừa sự thoát ra nhanh của khói nitơ. Nếu lưu huỳnh không bị oxy hóa hoàn toàn, có thể lặp lại thao tác này sử dụng vài mililit dung dịch brom (4.9) và vài mililit dung dịch axit nitric (4.10).

Gia nhiệt trong bồn cách thủy đang sôi để loại bỏ brom dư, cacbon tetraclorea và axit nitric. Nếu dung dịch không trong, để nguội, thêm một chút dung dịch axit nitric (4.10), và làm bay hơi cho đến khi không còn khói nitơ bay ra. Thêm một chút nước và làm bay hơi lần nữa trong bồn cát cho đến khi khói axit sulfuric trắng bay ra. Lặp lại thao tác này và đun đến bốc khói trong khoảng 10 min để bỏ hoàn toàn các vết cuối cùng của hợp chất nitơ. Để nguội.

Dùng nước pha loãng đến khoảng 80 mL và để nguội.

7.1.1 Hàm lượng arsen nằm trong khoảng 0,5 mg/kg đến 10 mg/kg

Chuyển định lượng dung dịch thử (7.1) vào bình định mức một vạch dung tích 100 mL, pha loãng đến vạch mức và lắc đều.

Chuyển 40,0 mL dung dịch vào bình tam giác của thiết bị thủy tinh để xác định arsen. Thêm 2 mL dung dịch axit sulfuric (4.1).

7.1.2 Hàm lượng arsen nằm trong khoảng 10 mg/kg đến 100 mg/kg

Chuyển định lượng dung dịch thử (7.1) vào bình định mức một vạch dung tích 500 mL, pha loãng đến vạch mức và lắc đều.

Chuyển 20,0 mL dung dịch vào bình tam giác của hệ gương để xác định arsen. Thêm 10 mL dung dịch axit sulfuric (4.1) và một lượng nước vừa đủ để tổng thể tích khoảng 40 mL.

7.2 Phép thử trắng

Xem 6.2 của ISO 2590.

7.3 Chuẩn bị đường chuẩn

Xem 6.3 của ISO 2590; theo ghi nhớ trong điều này, dùng 10 mL dung dịch axit sulfuric (4.1) thay thế 10 mL dung dịch axit clohydric.

7.4 Phép xác định

Xem 6.4 của ISO 2590.

8 Biểu thị kết quả

Dựa trên đường chuẩn (7.3), xác định khối lượng của arsen tương ứng với giá trị của phép đo quang trong quá trình xác định.

Hàm lượng arsen, tính bằng miligam trên kilogam theo công thức sau:

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

trong đó

m_0 là khối lượng của phần mẫu thử (7.1), tính bằng gam;

m_1 là khối lượng của arsen được tìm thấy khi xác định; tính bằng microgam;

D là tỷ lệ thể tích của dung dịch được chuẩn bị theo 7.1.1 hoặc 7.1.2 với thể tích phần ước số được lấy để xác định.

9 Báo cáo thử nghiệm

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

- a) Viện dẫn tiêu chuẩn này;
- b) Biểu thị kết quả và phương pháp sử dụng;
- c) Bất kỳ đặc điểm bất thường nào trong quá trình xác định;
- d) Bất kỳ thao tác nào không bao gồm trong tiêu chuẩn này hoặc lựa chọn tùy ý.

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 dietyldithiocacamat.*

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

ISO 5793, *Sulphur for industrial use – Determination of chloride content – Photometric method (Xác định hàm lượng clorua – Phương pháp đo quang).*
