

FEROCROM Phương pháp xác định hàm lượng lưu huỳnh		TCVN 3856 — 83
феррохром метод определения содержания серы	Ferrochrome. Method for the deter- mination of sulphur content	Có hiệu lực từ 1-1-1985

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp thể tích iodua-iodat để xác định hàm lượng lưu huỳnh trong ferocrom (từ 0,01% trở lên).

Khi tiến hành phân tích nhất thiết phải tuân theo những yêu cầu chung trong TCVN 3853 — 83.

1. NGUYÊN TẮC

Phương pháp dựa vào sự hấp thụ khí sunfuro tạo thành khi nung mẫu ở 1300 — 1380°C trong dòng oxy bằng nước và chuẩn độ axit sunfuro bằng dung dịch iodua-iodat với chỉ thị hồ tinh bột.

2. THIẾT BỊ, HÓA CHẤT VÀ DUNG DỊCH

Thiết bị xác định lưu huỳnh (theo sơ đồ)

Thuyền sứ: trước khi sử dụng phải được nung trong dòng oxy ở 1300 — 1380°C khoảng 3 — 5 phút rồi bảo quản trong bình hút ẩm.

Axit clohidric d 1,19.

Kali hidroxit, dung dịch 40%.

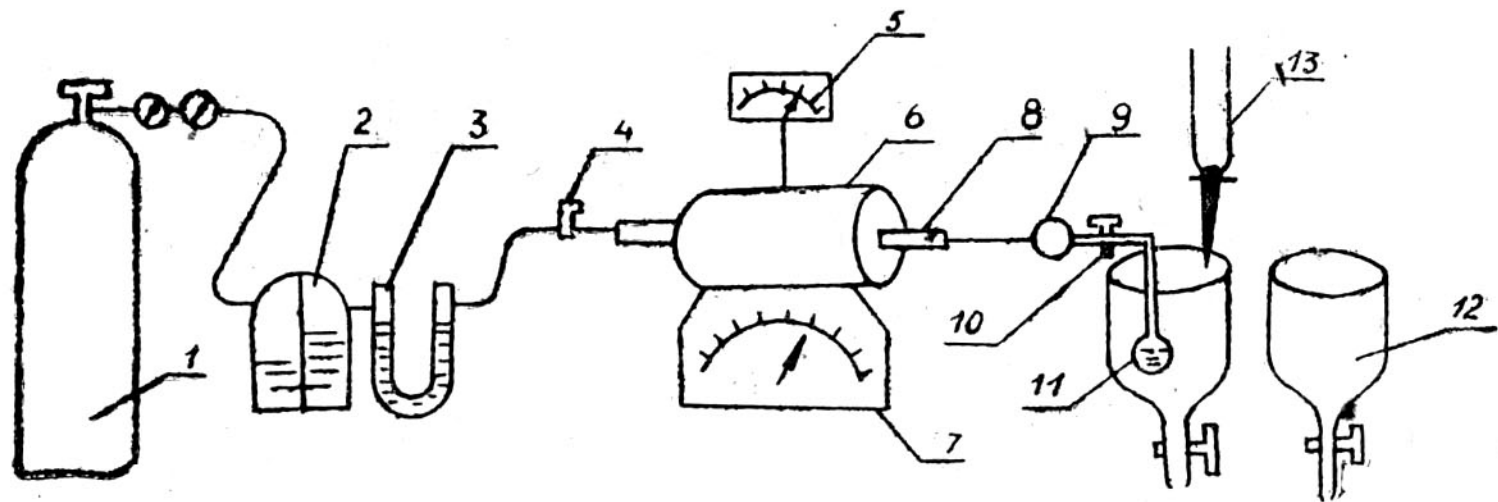
Vôi xút hoặc canxi clorua khan.

Kali pemanganat.

Kali iodua.

Kali iodat.

Đồng (II) oxit dạng bột đã được nung ở 800—850°C khoảng 3—4 giờ có hàm lượng lưu huỳnh không quá 0,002%.



Sơ đồ thiết bị xác định lưu huỳnh

1. Bình oxy với đồng hồ và van điều chỉnh (hoặc bình giảm áp); 2. Bình rửa khí đựng dung dịch kali pemanganat 4% trong dung dịch kali hidroxit; 3. Ống chữ U đựng canxi clorua khan hoặc vôi xút; 4. Khóa 2 nhánh; 5. Đồng hồ đo nhiệt độ lò nối với cặp nhiệt điện; 6. Lò ống có thể đốt nóng lên 1400°C ; 7. Biến thể để điều chỉnh nhiệt độ lò; 8. Ống sứ không tráng men dài 650–750 mm, đường kính trong 18–20 mm, trước khi sử dụng phải nung suốt chiều dài ở $1300 - 1380^{\circ}\text{C}$; 9. Bầu thủy tinh đựng bông thủy tinh để lọc bụi; 10. Khóa 2 nhánh; 11. Bình hấp thụ; 12. Bình so sánh; 13. Buret.

Hồ tinh bột, dung dịch 0,05% mới pha chuẩn bị như sau: nghiền 0,5 g tinh bột trong cối sứ với 50 ml nước nguội. Rót thành dòng nhỏ hỗn hợp đó vào 50 ml nước sôi, thêm 5 ml axit clohidric rồi đun sôi 2-3 phút. Để nguội. Thêm dung dịch iodua-iodat đến khi dung dịch có màu xanh nhạt.

Iodua-iodat, dung dịch chuẩn độ: Dung dịch A chuẩn bị như sau: hòa tan 0,1115 g kali iodat trong 100 ml nước. Thêm 10 ml dung dịch kali hidroxit, 3 g kali iodua, khuấy cho tan rồi pha loãng bằng nước đến 1 lít. Một ml dung dịch này tương đương với khoảng 0,00005 g lưu huỳnh.

Dung dịch B chuẩn bị như sau: Pha loãng 250 ml dung dịch A đến 1 lít bằng nước. Một ml dung dịch này tương đương với khoảng 0,0000125 g lưu huỳnh.

Độ chuẩn (T) của dung dịch chuẩn độ được tính bằng gam trên mililit xác định bằng mẫu tiêu chuẩn ferocrom có hàm lượng lưu huỳnh gần với mẫu phân tích, được biểu thị bằng gam lưu huỳnh, theo công thức:

$$T = \frac{S \cdot m}{(V - V_1) \cdot 100}$$

trong đó:

S — hàm lượng lưu huỳnh trong mẫu tiêu chuẩn, %;

m — khối lượng mẫu tiêu chuẩn, g;

V — thể tích dung dịch kali iodua-iodat tiêu tốn khi chuẩn độ mẫu tiêu chuẩn, ml;

V₁ — thể tích dung dịch kali iodua-iodat tiêu tốn khi chuẩn độ mẫu trắng, ml.

3. CÁCH TIẾN HÀNH

Nối các ống thủy tinh của hệ thống dẫn khí sát với nhau để khí sinh ra khi đốt mẫu không tiếp xúc với các đoạn ống cao su dùng để nối.

Lò được nung đến 1300 — 1380^o C. Kiểm tra độ kín của hệ thống bằng cách đóng khóa 10 rồi thông ôxy, sau ít phút nếu

trong bình rửa khí không xuất hiện bọt khí chứng tỏ hệ thống đã kín. Trong trường hợp ngược lại, tháo ra lau chùi và lắp lại.

Cho vào bình hấp thụ và bình so sánh mỗi bình 100 - 120 ml dung dịch hồ tinh bột. Thông ôxy của bình hấp thụ. Nếu sau 4 - 5 phút, màu trong bình hấp thụ nhạt đi, chứng tỏ từ ống sứ đã sinh ra khí khử dung dịch chuẩn độ, thì tiếp tục thông ôxy và nhỏ từng giọt dung dịch kali iodua - iodat vào cho đến khi màu ở 2 bình bằng nhau.

Đề kiểm tra độ ổn định của thiết bị, tiến hành đốt 2 - 3 lượng cân mẫu tiêu chuẩn và chất chảy để hiệu chỉnh kết quả.

Cân 0,5 - 1,0 g ferocrom cho vào thuyền sứ, phủ lên 1 lượng chất chảy với tỷ lệ (1 + 2) theo trình tự sau: lần lượt rải lên đáy thuyền sứ một nửa lượng chất chảy, lượng cân mẫu và một nửa lượng chất chảy còn lại. Đưa thuyền sứ vào vùng nóng nhất của ống sứ. Nút ngay ống sứ lại và thông ôxy với tốc độ sao cho mực dung dịch trong bình hấp thụ dâng lên 30 - 40 mm. Khi khí sunfuro sinh ra làm cho màu trong bình hấp thụ nhạt đi thì nhỏ dung dịch chuẩn độ từ buret sao cho màu dung dịch trong bình hấp thụ và bình so sánh gần giống nhau. Quá trình chuẩn độ sẽ kết thúc khi màu của dung dịch trong bình hấp thụ bằng màu dung dịch trong bình so sánh và bền trong 1 phút. Lần lượt đóng khóa 10 và 4 lại, mở nút cao su lấy thuyền sứ ra khỏi ống sứ và chuẩn độ mẫu tiếp theo.

4. TÍNH KẾT QUẢ

4.1. Hàm lượng lưu huỳnh (X) tính bằng phần trăm theo công thức:

$$X = \frac{T \cdot (V - V_1) \cdot 100}{m}$$

trong đó:

T - độ chuẩn của dung dịch chuẩn độ, g/ml;

V - thể tích dung dịch chuẩn độ tiêu tốn khi phân tích mẫu, ml;

V_1 — thể tích dung dịch chuẩn độ tiêu tốn khi phân tích mẫu trắng, ml;

m — khối lượng mẫu.

4.2. Bảng sai lệch cho phép

Hàm lượng lưu huỳnh, %	Sai lệch cho phép, % (tuyệt đối)
dưới 0,02	0,003
Trên 0,02 đến 0,03	0,004
» 0,03 » 0,04	0,006
» 0,04	0,008