

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

Nhóm B

THiếc		TCVN
Phương pháp xác định hàm lượng lưu huỳnh	Tin	2181-87
Олово.		
Метод определения содержания серы.	Method for the determination of sulfur content	Có hiệu lực từ 01/7/1988

Tiêu chuẩn này ban hành để thay thế TCVN 2181-77.

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp chuẩn độ iot để xác định hàm lượng lưu huỳnh từ 0,003 đến 0,06 % trong thiếc.

Khi tiến hành phân tích phải tuân theo những tiêu chuẩn chung trong TCVN 2172 - 87.

1. Bản chất phương pháp

Phương pháp này dựa trên cơ sở mẫu được nung chảy dưới dòng ô xy ở nhiệt độ 1200°C. Khí sunfuro thoát ra được hấp thụ vào nước. Axit sunfuaro vừa hình thành được chuẩn độ ngay bằng dung dịch iot với sự có mặt của dung dịch hồ tinh bột làm chỉ thị.

2. Thiết bị, hoá chất và dung dịch

Thiết bị để xác định lưu huỳnh (xem hình vẽ)

Chú thích cho hình trên :

1. Bình chứa khí oxy;
2. Khoá để điều chỉnh oxy đưa vào lò đốt ;
- 3.4. Bình làm sạch khí oxy trước khi vào lò đốt có chứa kali hydroxyt pha trong dung dịch kali pemanganat 4%
5. Bình làm khô khí oxy phần dưới chứa canxi clorua khan sau đến một lớp bông thủy tinh, tiếp theo là kali hydroxyt khan hoặc là natri hydroxyt khan;
6. Khoá thủy tinh 3 chiều một chiều hướng về phía oxy sau khi đã làm sạch một chiều thông với buồng đốt của lò, một chiều thông ra ngoài không khí;  
Khoá này có thể điều chỉnh được tốc độ dòng oxy nhanh hoặc chậm ;
7. Lò nung ống nằm ngang dùng thanh đốt cacbua silic đảm bảo lò nung lên  $1200^{\circ}\text{C}$ , cùng với biến thế nguồn và đồng hồ ampe;
8. Can đo nhiệt độ bên trong của lò;
9. Đồng hồ đo nhiệt độ;
10. Ống sứ không tráng men, đường kính bên trong lòng ống là 15 - 20 mm, đầu ống sứ ở phía ngoài tính từ lò ra không được ngắn hơn 180 - 200 mm;
11. Giá kẹp chặt;
12. Ống lọc bụi ôxyt trong chứa bông thủy tinh;
13. Ống chuẩn độ dung tích 25 ml;
14. Bình thủy tinh có màu tối để chứa dung dịch chuẩn độ iot;
15. Bình hấp thụ có hai bình giống nhau, chúng được nối với nhau bằng các thanh thủy tinh, bình bên trái là bình hấp thụ phía dưới có một khoá để có thể tháo chảy dung dịch sau khi đã tiến hành phân tích, bình bên phải là bình

chứa dung dịch mẫu so sánh với mẫu của dung dịch trong khí chuẩn độ.

Thuyền sứ không tráng men dài từ 70 đến 130 mm, rộng từ 7 đến 12 mm, cao từ 5 đến 10 mm. Thuyền sứ trước khi dùng để đốt mẫu phải được nung ở nhiệt độ 1200°C dưới dòng oxy trong 10 phút để đảm bảo cháy hết hoàn toàn các tạp chất. Thuyền sứ này được giữ trong bình chống ẩm.

- Canxi clorua khan;
- Kali hydroxyt dung dịch 40 %;
- Natri hydroxyt ;
- Kali pemanganat dung dịch 4 % trong dung dịch kali hydroxyt
- Dung dịch hồ tinh bột 1 % (pha dùng ngay);
- Bông thủy tinh;
- Mẫu thiếc tiêu chuẩn có chứa hàm lượng lưu huỳnh từ 0,003 đến 0,06 %;
- Oxygen tinh khiết sạch, đảm bảo oxy lớn hơn 99% .
- Mảnh sứ vụn kích thước từ 0,5 đến 1 mm được đập từ thuyền sứ ra và được nung ở 1200°C ;
- Kali iodua;
- Dung dịch chuẩn để iot 0,002 N : cần 2,5 - 3 g kali iodua cho vào bình định mức dung tích 1000 ml hoà tan bằng 4 - 5 ml nước cất, sau thêm vào 0,6350 g iot lắc mạnh cho tan hết, sau thêm nước đến vạch lắc đều. Dung dịch được giữ trong bình thủy tinh có màu tối. Độ chuẩn của dung dịch iot được thiết lập theo mẫu thiếc tiêu chuẩn .

### 3. Chuẩn bị phân tích

Tiến hành kiểm tra độ kín của thiết bị. Lò được nung đến nhiệt độ 800 - 900°C , mở khoá số 6 để cho oxy đi ra

không khí, thận trọng mở nhẹ khoá ở bình oxy với tốc độ 20 - 30 bọt khí trong 1 phút, quay lại khoá số 6 cho thông oxy với lò đốt, đóng chặt hệ thống kẹp chặt số 11. Sau 2-3 phút mở oxy, thì đóng lại, ngừng việc đưa khí oxy vào bình số 5 và số 4. Nếu từ 5 đến 7 phút mà không thoát ra các bọt khí tức là hệ thống thiết bị được coi là kín.

Kiểm tra ống sứ và thuyền sứ để khử hết các tạp chất chưa, cho vào 2 bình hấp thụ mỗi bình 50 ml nước, 10 ml dung dịch hồ tinh bột, từ ống chuẩn độ cho từng giọt dung dịch iot đến khi có màu xanh da trời, nâng nhiệt độ lò lên đến 200°C và mở khoá oxy. Nếu như màu của bình hấp thụ bị mất, thì nhỏ tiếp từng giọt dung dịch iot cho đến khi nào màu xanh da trời lại xuất hiện không mất màu nữa, màu xanh của bình hấp thụ bằng màu của bình dung dịch so sánh ở bên phải giống nhau.

#### 4. Tiến hành phân tích.

Cân 2 g mẫu cho vào thuyền sứ, phủ lên trên 1 - 1,5 g sứ vụn. Đưa thuyền sứ vào giữa vùng nóng nhất của lò, nút kín đầu ống sứ, mở khí oxy với tốc độ để đảm bảo ngăn chặn sự mất hiện chân không trong lò. Khi nào khí trong lò bắt đầu làm mất màu dung dịch iot ở phần dưới bình hấp thụ thì dung dịch iot từ ống chuẩn độ được nhỏ xuống kịp thời để đảm bảo màu xanh da trời của dung dịch không lúc nào mất và khi thêm 1 - 2 giọt dung dịch chuẩn độ iot mà màu dung dịch vẫn không thay đổi, giống màu ở bình so sánh bên phải mở tiếp oxy thêm một phút nữa, nếu như màu dung dịch không mất, việc đốt mẫu kết thúc.

#### 5. Tính kết quả

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

$$X = \frac{V.T}{m} \cdot 100$$

trong đó :

V thể tích dung dịch chuẩn độ iot đã dùng để chuẩn độ mẫu thí nghiệm, ml ;

T Hệ số chuẩn của dung dịch iot tính ra gam lưu huỳnh theo mẫu tiêu chuẩn ứng với 1 ml dung dịch g/ml;

m Khối lượng mẫu cân, g;

5.2. Sai lệch cho phép giữa các kết quả xác định, song song không được vượt quá trị số quy định trong bảng .

		%
Hàm lượng lưu huỳnh		Sai lệch cho phép (tuyệt đối)
	Từ 0,003 đến 0,005	0,001
Lớn hơn	0,005 " 0,010	0,002
"	0,010 " 0,020	0,004
"	0,020 " 0,06	0,005