

FEROTITAN		TCVN
Phương pháp xác định hàm lượng lưu huỳnh		3863 - 83
Ферротитан. Метод определения содержания серы	Ferrotitanium. Method for the determination of sulfur content	Có hiệu lực từ 1-1-1985.

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp thể tích ioduaiodat để xác định hàm lượng lưu huỳnh trong ferotitan từ 0,015 đến 0,10%.

Khi tiến hành phân tích nhất thiết phải tuân theo những yêu cầu chung trong TCVN 3860 - 83

1. NGUYÊN TẮC

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

2. THIẾT BỊ, HÓA CHẤT VÀ DUNG DỊCH

Thiết bị xác định lưu huỳnh (xem sơ đồ)

Ống sứ, trước khi sử dụng phải nung suốt chiều dài ống ở nhiệt độ 1300°C.

Thuyền sứ, trước khi sử dụng nung trong dòng oxy 5 phút ở nhiệt độ 1300°C, bảo quản trong bình hút ẩm.

Kali iodat.

Kali iodua.

Kali hydroxit, dung dịch 400 g/l.

Kali pemanganat, dung dịch 40g/l trong dung dịch kali hydroxit 400 g/l.

Canxi clorua khan.

Axit clohydric, d 1,19.

Vôi xút hoặc ascarit.

Hồ tinh bột, dung dịch 0,05% chuẩn bị như sau: nghiền 0,50g tinh bột trong cối sứ với 50 ml nước, rót hỗn hợp thành dòng nhỏ vào 500 - 600 ml nước sôi, đun sôi 2 - 3 phút.

Thêm 15 ml axit clohydric và nước đến 1 lít.

Đồng (II) oxit dạng dây hoặc bột đã nung ở 800°C trong vòng, 3 - 4 giờ.

Sắt kim loại.

Chất chảy: đồng (II) oxit hoặc hỗn hợp đồng (II) oxit và sắt
Hàm lượng lưu huỳnh trong chất chảy không được lớn hơn 0,002%. Kali iodat, dung dịch chuẩn độ chuẩn bị như sau: hòa tan 0,02g kali iodat trong 50 - 60 ml nước, thêm 1 g kali hydroxit - dung dịch 1, hòa tan trong cốc khác 10g kali iodua trong 100 - 150 ml nước - dung dịch 2. Sau đó rót dung dịch 1 vào dung dịch 2, thêm nước đến 1 lít và lắc đều. Bảo quản trong bình tối.

Độ chuẩn của dung dịch chuẩn độ xác định bằng mẫu tiêu chuẩn ferotitan có thành phần hóa học và hàm lượng lưu huỳnh gần với mẫu phân tích.

Độ chuẩn của dung dịch chuẩn độ (T) tính bằng gam lưu huỳnh trên 1 ml dung dịch 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;

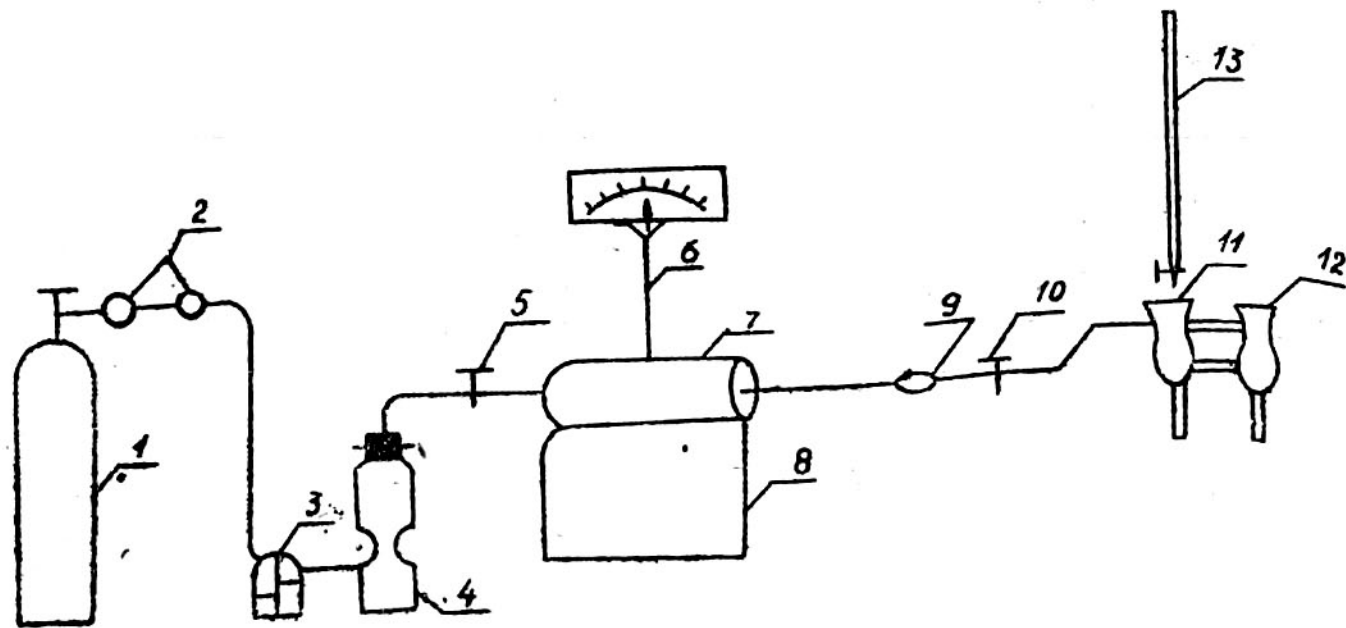
V = thể tích dung dịch chuẩn độ tiêu tốn khi chuẩn độ mẫu tiêu chuẩn, ml;

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

Sơ đồ thiết bị xác định lưu huỳnh.

4. CÁCH TIẾN HÀNH

4.1 Trước khi tiến hành phân tích lò được nung nóng đến 1300°C. Kiểm tra chỗ nối và khóa có kín không bằng cách đóng



Sơ đồ thiết bị xác định lưu huỳnh

1. Bình oxy; 2. Đồng hồ và van điều chỉnh (nếu không có thì thay bằng bình giảm áp); 3. Bình rửa khí chứa dung dịch kali pemanganat 40 g/l trong dung dịch kali hydroxit 400 g/l; 4. Bình làm khô, phần dưới chứa canxi clorua, phần trên chứa vôi xút hoặc ascarit; 5. Khóa 2 nhánh; 6. Cặp nhiệt điện nối với đồng hồ đo nhiệt; 7. Lò ống 1400°C ; 8. Biến thế điện; 9. Bầu thủy tinh chứa hồng thủy tinh để giữ bụi; 10. khóa 2 nhánh; 11. Bình hấp thụ; 12. Bình so sánh; 13. Buret;

khóa 10 lại, cho dòng oxy vào lò. Sau ít phút không thấy bọt khí xuất hiện trong bình rửa khí là được.

Sau đó rót lần lượt 110 – 120 ml dung dịch hồ tinh bột vào bình hấp thụ và bình so sánh, cho oxy với tốc độ sao cho dung dịch trong bình hấp thụ dâng lên 30 – 40 mm và cân bằng mẫu dung dịch trong 2 bình bằng cách thêm vài ba giọt dung dịch chuẩn độ đến xuất hiện màu xanh nhạt. Nếu dung dịch hồ tinh bột trong bình hấp thụ bị mất màu sau 4 – 5 phút, chứng tỏ từ ống sứ đã sinh ra khí khử dung dịch chuẩn độ, không ngắt dòng oxy, cho dung dịch chuẩn độ vào bình hấp thụ đến lúc màu trong bình hấp thụ và bình so sánh bằng nhau.

Đề kiểm tra thiết bị cần đốt 2–3 lượng cân mẫu tiêu chuẩn. Sau đó đốt chất chảy để hiệu chỉnh kết quả.

4. 2. Căn cứ vào hàm lượng lưu huỳnh đề lấy lượng cân mẫu như ở bảng 1.

Bảng 1

Hàm lượng lưu huỳnh, %	Lượng cân mẫu, g	Lượng cân chất chảy, g	
		CuO	CuO + Fe
Từ 0,015 đến 0,05	1,0	2,0	1,0 + 0,5
trên 0,05 » 0,10	0,5	1,0	1,0 + 0,5

Cho mẫu vào thuyền sứ rồi phủ chất chảy lên trên.

Dùng que thép đẩy thuyền sứ vào vùng nóng nhất của ống sứ, đẩy nút cao su lại. Mở khóa 5 cho oxy vào lò với tốc độ sao cho dung dịch trong bình hấp thụ dâng lên 30 – 40 mm.

Trong khi đốt mẫu, nhỏ giọt dung dịch chuẩn độ từ buret vào bình hấp thụ sao cho màu dung dịch trong bình hấp thụ và bình so sánh luôn luôn gần bằng nhau. Khi màu dung dịch trong bình hấp thụ giống màu trong bình so sánh và hèn màu trong vòng 1 phút thì kết thúc quá trình chuẩn độ.

Đóng khóa 5 và 10 lại, mở nút cao su, lấy thuyền sứ ra khỏi ống sứ và chuẩn bị đốt mẫu tiếp theo.

5. TÍNH KẾT QUẢ

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

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

trong đó:

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

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

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

m - khối lượng mẫu, g.

5.2. Bảng sai lệch cho phép

Bảng 2

Hàm lượng lưu huỳnh, %	Sai lệch cho phép, % (tuyệt đối)
Từ 0,015 đến 0,030	0,006
Trên 0,030 » 0,070	0,008
» 0,070 » 0,10	0,010