

SUNFUA DIOXYT

(Tiêu chuẩn ngành: 52 TCN 351 - 89 có hiệu lực từ 16-10-1989)

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định Sunfua dioxyt trong không khí vùng làm việc.

Phương pháp xác định chỉ giới hạn ở mức thấp nhất 0,01 mg/l không khí.

I - Nguyên tắc:

Hơi sunfua dioxyt được hấp thụ vào dung dịch tetracloruaamcurat, cho tác dụng với thuốc thử p - rosanilin đã axit hóa bằng axit clohydric, với sự có mặt của Focmaldehyt, tạo thành màu tím đỏ p - rosanilin metyl sunfonic axit, dùng phương pháp so màu để xác định.

II - Quy định chung:

- Hóa chất theo TCVN 1058 - 78
- Nước cất theo tiêu chuẩn Việt Nam 2117 - 77
- Cân phân tích có độ chính xác 0,1mg.
- Độ chính xác ở mức microgam, sai số cho phép 0,5%.

III - Dụng cụ và hóa chất:

1. Dụng cụ

- Chai đựng dung dịch dung tích 500ml.
- Ống nghiệm 15 x 160mm.
- Pipet 1: 2 và 5ml có vạch.
- Máy hút không khí.
- Máy quang kế có bước sóng 548nm, ống dày 1cm.
- Ống hấp thụ kiểu Gelman, dung tích 25ml.

2. Hoá chất

- Thuỷ ngân II clorua
- Kaliclorua
- Natri sunfit khan.
- Iot kim loại.

- Tinh bột tan.
- P - Rosanilin.
- Axit clohydric.
- n - butanol.

IV. Chuẩn bị dung dịch thử

1. Dung dịch hấp thụ

Hòa tan 10,86 gam thủy ngân (II) clorua và 5,96g kali clorua trong một lít nước cất.

2. Dung dịch sunfua dioxyt tiêu chuẩn

a. Dung dịch đặc : Lấy 20ml dung dịch Natri sunfit bão hòa, thêm vào 1 đến 2ml axit sunfuaric 1/3 tạo ra khí sunfua dioxyt. Sục khí sunfua dioxyt vào dung dịch hấp thụ. Chuẩn độ hàm lượng sunfua dioxyt trong dung dịch Cách làm như sau:

Trong một bình nón 100 ml cho vào:

- Dung dịch Iot 0,1N: 10 ml.
- Axit sunfuaric 1/5: 10 ml
- Nước cất: 20 ml.

Nhỏ dung dịch chứa sunfua dioxyt từ buret vào bình nón, vừa nhỏ vừa lắc đều chuyển màu vàng. Thêm vào bình nón 0,2 ml dung dịch hồ tinh bột 0,5%. Tiếp tục nhỏ dung dịch sunfua dioxyt đến khi mất màu. Nồng độ dung dịch sunfua dioxyt trong dung dịch hấp thụ: 1 ml Iot 0,1N tương ứng với 3,203 mg sunfua dioxyt.

b. Dung dịch chuẩn

Lấy dung dịch chứa sunfua dioxyt vừa chuẩn độ xong, đem pha loãng bằng dung dịch hấp thụ trong một bình định mức dung tích 100 ml sao cho 1 ml dung dịch loãng chứa 0,010 mg sunfua dioxyt

Dung dịch giữ được từ 2 đến 3 ngày.

3. Dung dịch p - rosanilin:

a. Dung dịch gốc:

Cân 0,06 g p – rosanilin, thêm vào 25ml axit clohidric đặc ($d = 1,18$) pha loãng bằng nước cất vừa đủ 100 ml

b. Dung dịch p - rosanilin phân tích: Tinh chế: Lấy 50 ml dung dịch p - rosanilin gốc cho vào bình chiết và lắc với n - butanol (đã axit hóa bằng axit HCL 3N), chiết lấy phần màu: hai lần đầu mỗi lần 20ml và nhiều lần sau mỗi lần 10ml n - butanol đã axit hóa. Đến thật mất màu. Lọc dung dịch qua bông thủy tinh. Pha chế: Dung dịch p - Rosanilin phân tích pha theo tỷ lệ thể tích như sau:

Dung dịch p - rosanilin tinh chế /axit photphoric 3M/nước cất = 1/1/3.

4. Dung dịch Focmaldehyt 0.2%

Lấy 2,5 ml Focmaldehyt 40% pha vào 500 ml nước cất pha trước khi dùng .

V Cách tiến hành:

1. Lấy mẫu :

Lấy hai ống hấp thụ kiểu Gelman mắc nối tiếp, mỗi ống cho 5 ml dung dịch hấp thụ, hút không khí có sunfua dioxyt đi qua với tốc độ 500 ml/phút. Hút chừng 20 đến 30 lít không khí tùy theo hàm lượng sunfua dioxyt trong không khí vùng làm việc. Ghi thể tích không khí đã lấy.

2. Cách xác định

Trộn dung dịch hấp thụ ở hai ống. Lấy ra 1 ml đem phân tích. Tiến hành làm như thang mẫu

a/. Pha thang mẫu:

Lấy 7 ống nghiệm, tiến hành theo thứ tự trong bảng

SỐ Ống	0	1	2	3	4	5	6
D.D (ml)							
D.D Sunfua dioxyt tiêu chuẩn : 1ml=10 g	0	0,1	0,2	0,5	1,0	1,5	2,0
D.D hấp thụ	3	2,9	2,8	2,5	2,0	1,5	1,0
D.D p-Rosanilin phân tích	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
D.D Focmaldehyt 0,2%	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
Hàm lượng sunfua dioxyt	0	1,0	2,0	5,0	10	15	20

Lắc đều, sau 15 phút ống phân tích đem so màu với thang mẫu.

b/ Xác định bằng theo quang kế. Theo cách làm thang mẫu dựng đường mẫu. Ống phân tích rót vào cồng dày 1 cm, đem soi ở máy quang kế. Bước sóng $\lambda_{\max} = 548\text{nm}$.

VI - Tính kết quả

Nồng độ sunfua dioxyt trong không khí (X) tính bằng microgam/lít theo công thức

$$X = \frac{a.b}{c.V_0}$$

Trong đó :

- a = Hàm lượng sunfua dioxyt ứng với thang mẫu (microgam)
- b = Tổng dung dịch hấp thụ (ml).
- c = Dung dịch hấp thụ lấy ra phân tích (ml)
- V_0 = Thể tích không khí đã hút (l), quy về điều kiện tiêu chuẩn (0°C , 760mmHg)