

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

**TCVN 11113:2015
ISO 2762:1973**

**AXIT CLOHYDRIC SỬ DỤNG TRONG CÔNG NGHIỆP -
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG SULFAT HOÀ TAN -
PHƯƠNG PHÁP ĐO ĐỘ ĐỤC**

Hydrochloric acid for industrial use - Determination of soluble sulphates - Turbidimetric method

HÀ NỘI - 2015

Lời nói đầu

TCVN 11113:2015 hoàn toàn tương đương với ISO 2762:1973.

TCVN 11113:2015 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.

Axit clohydric sử dụng trong công nghiệp – Xác định hàm lượng sulfat hòa tan – Phương pháp đo độ đục

Hydrochloric acid for industrial use – Determination of soluble sulphates – Turbidimetric method

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp đo độ đục để xác định hàm lượng sulfat hòa tan có trong axit clohydric sử dụng trong công nghiệp.

2 Lĩnh vực áp dụng

Phương pháp này được áp dụng cho sản phẩm có chứa các sulfat hòa tan nhỏ hơn 0,1 % (theo khối lượng), tính theo SO_4^{2-} ¹⁾.

3 Nguyên tắc

Làm bay hơi phần mẫu thử đến khô hoàn toàn và hòa tan phần cặn trong axit clohydric.

Phép đo độ đục thu được do sự kết tủa của bari sulfat trong điều kiện xác định.

4 Thuốc thử

Trong quá trình phân tích, chỉ sử dụng nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

4.1 Bari clorua dihydrat, có cỡ hạt đồng đều từ 0,50 mm đến 1,25 mm, được chuẩn hóa bằng cách sàng.

Điều quan trọng là mọi sự chuẩn bị liên quan đến việc xác định và chuẩn hóa phải được thực hiện bằng cách sử dụng sản phẩm có cùng sự phân bố cỡ hạt.

¹⁾ Đối với các sản phẩm có hàm lượng SO_4^{2-} lớn hơn 0,1 % (theo khối lượng) xem ISO/R 906 Axit clohydric sử dụng trong công nghiệp – Xác định hàm lượng sulfat – Phương pháp khối lượng bari sulfat.

TCVN 11113:2015

4.2 Natri cacbonat, dung dịch khoảng 1 N.

4.3 Axit clohydric, dung dịch khoảng 1 N.

4.4 Dung dịch tiêu chuẩn axit sulfuric, tương ứng với 0,100 g SO_4^{2-} trong một lít.

Chuyển 20,80 mL dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn axit sulfuric 0,1 N vào bình định mức một vạch dung tích 1000 mL, pha loãng đến vạch mức và lắc đều.

1 mL dung dịch tiêu chuẩn này chứa 0,1 mg SO_4^{2-} .

5 Thiết bị, dụng cụ

Thiết bị, dụng cụ thông thường trong phòng thử nghiệm và

5.1 Thiết bị quang phổ, hoặc

5.2 Thiết bị hấp thụ quang điện, được trang bị bộ lọc, chỉ cho truyền qua không đáng kể trong vùng dưới 450 nm và trên 550 nm.

6 Cách tiến hành

6.1 Phần mẫu thử

Cân, chính xác đến 0,01 g, lượng mẫu thử chứa từ 0,5 mg đến 4 mg SO_4^{2-} .

Nếu mẫu thử bị đục, trước tiên lọc mẫu qua phễu khô vào bình khô, loại bỏ phần cặn trên phễu và gom phần lọc được vào trong bình thu.

CHÚ THÍCH: Trong trường hợp này bất kỳ hợp chất sulfat nào không tan đều không được xác định.

6.2 Phép thử trắng

Tại cùng thời điểm xác định, thực hiện phép thử trắng bằng cách sử dụng cùng một quy trình và cùng lượng thuốc thử để xác định, nhưng thay phần mẫu thử bằng 5 mL dung dịch tiêu chuẩn axit sulfuric (4.4), tương ứng với 0,5 mg SO_4^{2-} , được thêm vào để dễ tính toán được trong phần tuyến tính của đường chuẩn.

6.3 Chuẩn bị đường chuẩn

6.3.1 Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn

Lấy một loạt chín bình định mức một vạch dung tích 50 mL, thêm vào các thể tích dung dịch tiêu chuẩn axit sulfuric (4.4) theo Bảng 1.

Bảng 1 – Thể tích của dung dịch tiêu chuẩn axit sulfuric

Dung dịch tiêu chuẩn axit sulfuric (4.4)	Khối lượng tương ứng của SO_4^{2-}
mL	mg
0	0
5,0	0,5
10,0	1,0
15,0	1,5
20,0	2,0
25,0	2,5
30,0	3,0
35,0	3,5
40,0	4,0

* Dung dịch bổ chính.

Với mỗi bình, thêm 2 mL dung dịch natri cacbonat (4.2) và 5 mL dung dịch axit clohydric (4.3), khuấy, pha loãng đến vạch mức và lắc đều.

6.3.2 Phản ứng đục

Trừ dung dịch đầu tiên, lấy 25,0 mL từng dung dịch ở Bảng 1 cho lần lượt vào từng cốc khô, dung tích 100 mL, mỗi cốc có chứa sẵn 0,15 g bari clorua (4.1). Lắc bằng tay trong 1 min với tốc độ 2 r/s.

Để yên trong 15 min tại nhiệt độ $(20 \pm 2) ^\circ\text{C}$.

CHÚ THÍCH: Sắp xếp các thử nghiệm để đảm bảo thời gian phản ứng.

6.3.3 Phép đo độ đục

Lấy lượng vừa đủ dung dịch bổ chính (6.3.1) vào cuvet có chiều dài quang phù hợp và sử dụng dung dịch này để điều chỉnh thiết bị quang phổ (5.1) hoặc thiết bị hấp thụ quang điện (5.2) về hệ số hấp thụ zero.

Lắc bằng tay và chuyển các dung dịch khác (6.3.2) vào các cuvet có cùng chiều dài quang và thực hiện phép đo tại bước sóng khoảng 470 nm.

6.3.4 Dụng đường chuẩn

Vẽ đồ thị trong đó trục hoành biểu diễn hàm lượng SO_4^{2-} , tính bằng miligam, trong tổng dung lượng (50 mL) của dung dịch đối chứng tiêu chuẩn và tung độ là độ hấp thụ đã được hiệu chỉnh tương ứng. Lưu ý rằng đường chuẩn chỉ là đường tuyến tính trên 0,5 mg SO_4^{2-} .

6.4 Phép xác định

6.4.1 Chuẩn bị dung dịch thử nghiệm

Chuyển phần mẫu thử (6.1) vào đĩa bay hơi có dung tích phù hợp và thêm 2 mL dung dịch natri carbonat (4.2). Làm bay hơi đến khô hoàn toàn trong bồn cách thủy, hòa tan cặn trong 5 mL dung dịch axit clohydric (4.3) và 20 mL nước. Gia nhiệt nổi cách thủy trong vài min, để nguội, sau đó chuyển định lượng vào bình định mức một vạch dung tích 50 mL, pha loãng đến vạch mức và lắc đều.

6.4.2 Phản ứng đục

Lấy 25,0 mL dung dịch thử nghiệm (6.4.1) và chuyển nhanh dung dịch này vào cốc khô dung tích 100 mL có chứa 0,15 g bari clorua (4.1). Lắc bằng tay trong 1 min với tốc độ 2 r/ s. Bari clorua phải tan hoàn toàn trong dung dịch. Để yên trong 15 min tại nhiệt độ $(20 \pm 2)^\circ\text{C}$.

6.4.3 Phép đo độ đục

Chuyển lượng vừa đủ dung dịch thử nghiệm (6.4.1) vào cuvet có chiều dài quang tương ứng dùng để chuẩn bị đường chuẩn (6.3.1), và dùng dung dịch này như dung dịch bổ chính để điều chỉnh thiết bị quang phổ (5.1) hoặc thiết bị hấp thụ quang điện (5.2) về hệ số hấp thụ zero.

Khuấy dung dịch (6.4.2) bằng tay, chuyển dung dịch đó vào cuvet có cùng chiều dài quang học và thực hiện phép đo độ đục bằng phương pháp được mô tả trong 6.3.3.

CHÚ THÍCH: Nếu phản ứng dẫn đến độ đục vượt quá giới hạn đường chuẩn, pha loãng phần dung dịch thử nghiệm (6.4.1) đến 50 mL và thực hiện xác định trong 25 mL dung dịch đã pha loãng. Trong trường hợp này, dùng dung dịch còn lại như dung dịch bổ chính và dùng dung dịch pha loãng thêm này trong việc tính kết quả.

7 Biểu thị kết quả

Sử dụng đường chuẩn (6.3.4), xác định hàm lượng sulfat (SO_4^{2-}) tương ứng với giá trị của phép đo độ đục.

Hàm lượng sulfat (SO_4^{2-}), tính bằng phần trăm khối lượng, theo công thức sau

$$(m_1 - m_2) \times \frac{1}{1000} \times \frac{100}{m_0} = \frac{(m_1 - m_2)}{10m_0}$$

trong đó

- m_0 là khối lượng phần mẫu thử, tính bằng gam;
- m_1 là khối lượng sulfat thu được trong tổng dung tích dung dịch thử nghiệm (6.4.1), tính bằng miligam;
- m_2 là khối lượng sulfat thu được trong tổng dung tích dung dịch thử trắng (6.2), sau khi trừ 0,5 mg sulfat thêm vào (xem 6.2), tính bằng miligam.

8 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm bao gồm ít nhất các thông tin sau:

- a) Viện dẫn phương pháp sử dụng;
 - b) Kết quả thử nghiệm và đơn vị tính được sử dụng;
 - c) Mọi dấu hiệu bất thường ghi nhận trong quá trình xác định;
 - d) Thao tác bất kỳ không bao gồm trong tiêu chuẩn này hoặc lựa chọn tùy ý.
-