

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 11114:2015  
ISO 2997:1974**

**AXIT PHOSPHORIC SỬ DỤNG TRONG CÔNG NGHIỆP -  
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG SULFAT -  
PHƯƠNG PHÁP KHỬ VÀ CHUẨN ĐỘ**

*Phosphoric acid for industrial use -  
Determination of sulphate content - Method by reduction and titrimetry*

**HÀ NỘI - 2015**

## Lời nói đầu

TCVN 11114:2015 hoàn toàn tương đương với ISO 2997:1974.

TCVN 11114:2015 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 phosphoric sử dụng trong công nghiệp – Xác định hàm lượng sulfat – Phương pháp khử và chuẩn độ

*Phosphoric acid for industrial use – Determination of sulphate content –  
Method by reduction and titrimetry*

### 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp khử và chuẩn độ để xác định hàm lượng sulfat của axit phosphoric (ortophosphoric) sử dụng trong công nghiệp và được áp dụng cho hàm lượng sulfat, tính theo  $\text{SO}_4^{2-}$ , bằng hoặc lớn hơn 0,0005 % (theo khối lượng).

### 2 Nguyên tắc

Khử sulfat thành sulfua bằng hỗn hợp của axit iodhydric và axit hypophosphorơ.

Hấp thụ khí hydro sulfua thoát ra trong hỗn hợp chứa axeton và natri hydroxit. Chuẩn độ bằng dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn thủy ngân (II) axetat với chất chỉ thị dithizon.

### 3 Thuốc thử

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

**3.1 Axit iodhydric**, khối lượng riêng ( $\rho$ ) xấp xỉ 1,71 g/mL, dung dịch khoảng 57 % (theo khối lượng).

**3.2 Axit hypophosphorơ** [ $\text{H}(\text{H}_2\text{PO}_2)$ ], khối lượng riêng ( $\rho$ ) xấp xỉ 1,21 g/mL, dung dịch khoảng 50 % (theo khối lượng).

**3.3 Axit clohydric**, khối lượng riêng ( $\rho$ ) xấp xỉ 1,19 g/mL, dung dịch khoảng 38 % (theo khối lượng).

### 3.4 Dung dịch khử

Lấy một bình dung tích 1000 mL, có khớp nối thủy tinh nhám có thể lắp được sinh hàn hồi lưu, dưới dòng ni tơ (3.10), rót theo trình tự: 100 mL dung dịch axit iodhydric (3.1), 25 mL dung dịch axit hypophosphorơ (3.2) và 100 mL dung dịch axit clohydric (3.3). Lắp sinh hàn hồi lưu vào bình và duy trì dòng ni tơ, đun sôi hồi lưu trong 4 h.

Sau đó để nguội đến nhiệt độ phòng, duy trì dòng ni tơ.

Bảo quản dung dịch trong bình thủy tinh sẫm màu, trước đó được làm sạch bằng ni tơ, đậy nút thủy tinh nhám.

### 3.5 Natri sulfat, dung dịch đối chứng tiêu chuẩn 0,001 M.

Cân 0,1420 g natri sulfat khan, chính xác đến 0,0001 g, đã sấy trước tại nhiệt độ 110 °C và để nguội trong bình hút ẩm. Chuyển vào trong bình định mức một vạch dung tích 1000 mL, hòa tan với nước, pha loãng đến vạch mức và lắc đều.

1 mL dung dịch này tương ứng với 96 µg  $\text{SO}_4^{2-}$ .

### 3.6 Thủy ngân (II) axetat, dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn 0,001 M.

Cân 0,3187 g thủy ngân (II) axetat [ $\text{Hg}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ ], chính xác đến 0,0001 g. Cho vào trong bình định mức một vạch dung tích 1000 mL, hòa tan với nước, pha loãng đến vạch mức và lắc đều.

Ngoài ra, có thể sử dụng dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn thủy ngân (II) nitrat 0,001 M.

#### 3.6.1 Thủy ngân (II) nitrat, dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn 0,001 M.

Cân 10,85 g  $\pm$  0,01 g thủy ngân (II) oxit ( $\text{HgO}$ ). Cho vào trong cốc có dung tích phù hợp (ví dụ 100 mL) và hòa tan trong 10 mL dung dịch axit nitric, khoảng 68 % (theo khối lượng).

Pha loãng dung dịch, chuyển định lượng vào bình định mức một vạch dung tích 1000 mL, pha loãng đến vạch mức và lắc đều. (Dung dịch nhận được là 0,05 M, tương ứng với 0,1 N).

Lấy 20,00 mL dung dịch này, rót vào trong bình định mức một vạch dung tích 1000 mL, pha loãng đến vạch mức và lắc đều.

Chỉ chuẩn bị dung dịch cuối này trước khi sử dụng.

CHÚ THÍCH 1: Trong hầu hết các phòng thử nghiệm, thường có sẵn dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn thủy ngân (II) nitrat chính xác 0,1 N (tương đương với dung dịch 0,05 M), dung dịch này thường sử dụng trong phương pháp đo thủy ngân để xác định các clorua.

CHÚ THÍCH 2: Nồng độ của dung dịch 3.6 và 3.6.1 đã chuẩn bị được mô tả bên trên đủ chính xác, lấy một lượng nhỏ sulfat để xác định. Do vậy, không cần thiết chuẩn hóa.

### 3.7 Axeton.

3.8 Dithizon, dung dịch 0,5 g/L trong acetone.

3.9 Natri hydroxit, dung dịch khoảng 1 N.

3.10 Nitơ.

## 4 Thiết bị, dụng cụ

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

4.1 Micro buret, có vạch chia đến 0,01 mL.

4.2 Thiết bị khử và chưng cất (Ví dụ về thiết bị khử và chưng cất điển hình xem Hình 1), tất cả các bộ phận được nối với nhau bằng các khớp nối thủy tinh nhám.

## 5 Cách tiến hành

### 5.1 Phần mẫu thử

Đối với mẫu chứa từ 50 µg đến 200 µg  $\text{SO}_4^{2-}$ , cân lượng mẫu thử không nhiều hơn 10 g, chính xác đến 0,0001 g.

CHÚ THÍCH: Phần mẫu thử không chứa nhiều hơn 2 mL nước.

### 5.2 Phép thử kiểm tra

Mục đích của thử nghiệm này để kiểm tra sự kín khí và cách vận hành của thiết bị (khử hợp chất lưu huỳnh và thu hồi định lượng hydro sulfua thoát ra).

Rót 5 mL dung dịch natri hydroxit (3.9), 5 mL acetone (3.7) và 0,1 mL dung dịch dithizon vào trong ống thử nghiệm của thiết bị (4.2).

Lắc đều và thêm từng giọt dung dịch thủy ngân (II) axetat (3.6) cho đến khi màu chuyển từ vàng sang hồng.

Rót 2,00 mL dung dịch đối chứng tiêu chuẩn natri sulfat (3.5) vào bình khử sạch và khô. Lắp các bộ phận của thiết bị (4.2) với nhau theo chỉ dẫn trong Hình 1, cẩn thận bôi mỡ silicon vào các khớp nối nhau đảm bảo cho hệ thống kín khí và giữ chặt thiết bị bằng kẹp lò xo để đảm bảo kín khí hoàn toàn. Cho dòng nitơ (3.10) chảy từ từ vào trong ống hút (2 đến 3 bọt bong bóng trong 1 s). Sau đó rót 15 mL dung dịch khử (3.4) vào trong bình khử qua phễu nhỏ giọt, dưới áp suất nhẹ của nitơ.

Duy trì dòng nitơ qua ống hút, ngâm một phần bình khử (khoảng 70 mm) trong bồn cách thủy trong khoảng ít nhất 30 min. Sau đó sục dòng nitơ qua phễu nhỏ giọt trong 5 min để đảm bảo phần dung dịch trong phễu nhỏ giọt cũng được sục kỹ bằng nitơ.

Hydro sulfua thoát ra do phản ứng sẽ được hấp thụ bởi dung dịch chứa trong bình thu và làm dung dịch này chuyển sang màu vàng.

CHÚ THÍCH: Sự tạo thành màu xanh da trời – xanh lá cây (blue – green) chỉ ra rằng có một lượng lớn axit clohydric bị cuốn theo và khi đó phải tiến hành lại phép thử.

Tháo thiết bị (4.2) và rửa ống nối bằng vài mililit dung dịch hỗn hợp của nước và axeton (3.7) được pha theo cùng tỷ lệ về thể tích, gộp nước rửa vào trong ống thử nghiệm. Chuẩn độ dung dịch thu được bằng dung dịch thủy ngân (II) axetat (3.6) trong micro buret (4.1) cho đến khi xuất hiện màu hồng.

Kết quả của phép thử kiểm tra được xem là đạt nếu thể tích dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn thủy ngân (II) axetat (3.6) dùng để chuẩn độ, sau khi trừ đi kết quả phép thử trắng (5.4), nằm trong khoảng từ 1,90 mL đến 2,10 mL. Nếu không, kiểm tra các khe hở của thiết bị.

### 5.3 Phép xác định

Cho phần mẫu thử (5.1) vào trong bình khử của thiết bị. Lắp các phần khác của thiết bị (4.2) với bình khử chứa phần mẫu thử (5.1). Rót 5 mL dung dịch natri hydroxit (3.9), 5 mL axeton (3.7) và 0,1 mL dung dịch dithizon vào trong ống thử nghiệm. Lắc đều và thêm, từng giọt, dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn thủy ngân (II) axetat (3.6) cho đến khi màu chuyển từ vàng sang hồng.

Cho dòng nitơ chảy qua thiết bị và rót 15 mL dung dịch khử (3.4) qua phễu nhỏ giọt, dưới áp suất nhẹ của nitơ.

Tiếp theo, tiến hành theo 5.2 để thử nghiệm kiểm tra.

### 5.4 Phép thử trắng

Tại cùng điều kiện trong phép xác định (5.3), thực hiện phép thử trắng, nhưng sử dụng 2 mL nước thay cho phần mẫu thử (5.1).

## 6 Biểu thị kết quả

Hàm lượng sulfat, tính theo phần trăm khối lượng  $\text{SO}_4^{2-}$ , theo công thức sau

$$\frac{(V_1 - V_0) \times 96 \times 100}{1000000 m_0} = \frac{(V_1 - V_0) \times 0,0096}{m_0}$$

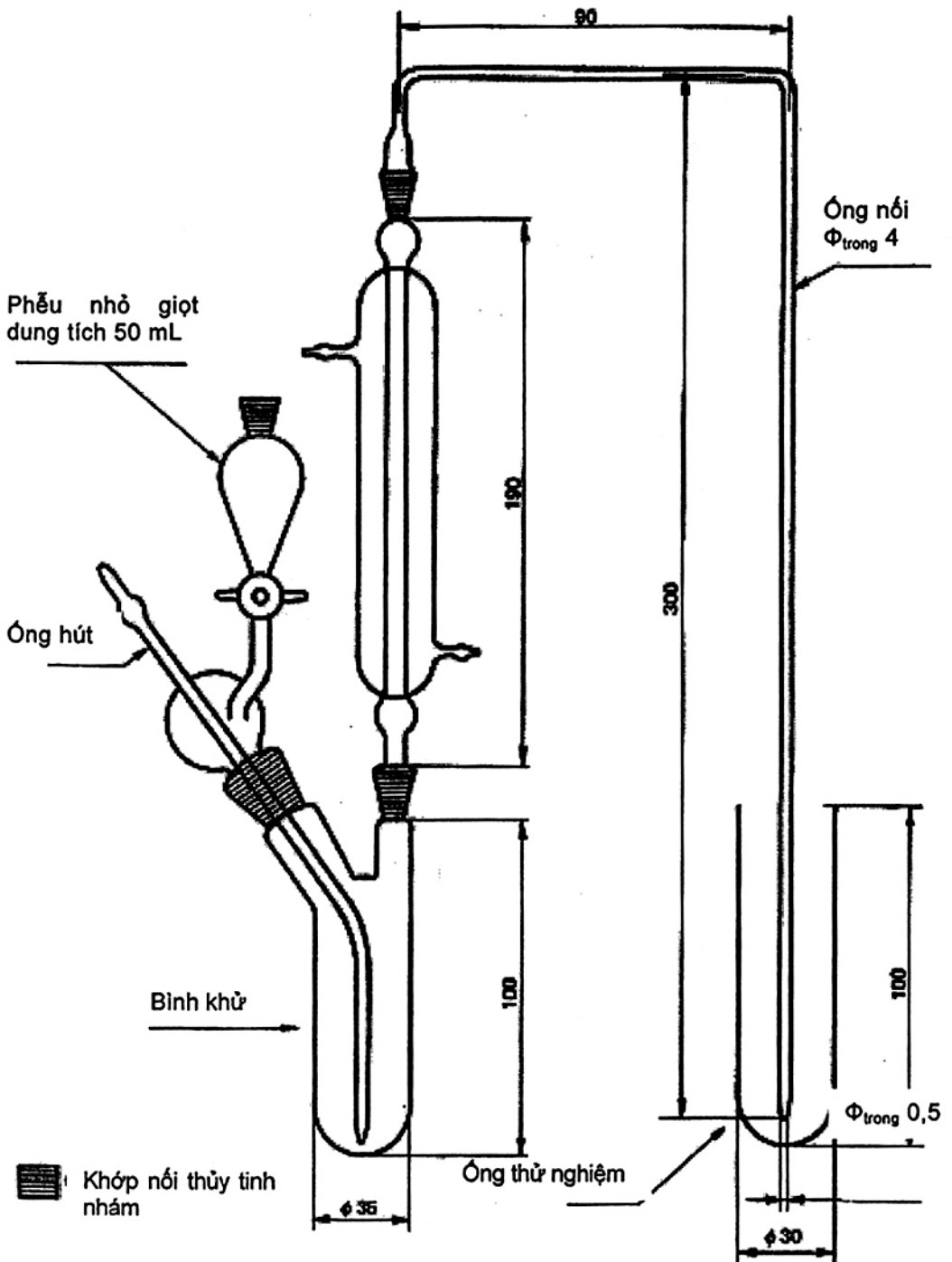
trong đó

- $V_1$  là thể tích dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn thủy ngân (II) axetat (3.6) dùng trong phép xác định, tính bằng mililit;
- $V_0$  là thể tích dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn thủy ngân (II) axetat (3.6) dùng trong phép thử trắng, tính bằng mililit;
- $m_0$  là khối lượng phần mẫu thử (5.1), tính bằng gam;
- 96 là khối lượng của  $\text{SO}_4^{2-}$  tương ứng với 1 mL dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn thủy ngân (II) axetat (3.6), tính bằng microgam.

## 7 Báo cáo thử nghiệm

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

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



Hình 1 – Thiết bị khử và chưng cất điện hình