

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

**TCVN 11115:2015
ISO 3139:1976 WITH AMENDMENT 1:1980**

**AXIT FLOHYDRIC DẠNG NƯỚC SỬ DỤNG TRONG
CÔNG NGHIỆP - LẤY MẪU VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ**

Aqueous hydrofluoric acid for industrial use - Sampling and methods of test

HÀ NỘI - 2015

Lời nói đầu

TCVN 11115:2015 hoàn toàn tương đương với ISO 3139:1976 và bản sửa đổi 1:1980.

TCVN 11115:2015 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 flohydric dạng nước sử dụng trong công nghiệp – Lấy mẫu và phương pháp thử

Aqueous hydrofluoric acid for industrial use – Sampling and methods of test

CẢNH BÁO: Axit flohydric dạng nước là chất lỏng có tính ăn mòn cao có thể ăn mòn thủy tinh, hơi của nó gây kích ứng và độc. Bởi vì có thể không cảm nhận rõ ràng và không xử lý kịp thời, axit flohydric dạng lỏng phản ứng mạnh trên da và mắt, tạo vết bỏng sâu và gây bỏng rát.

Các mẫu thử phải được xử lý trong tủ hút thông thoáng tốt. Sử dụng găng tay cao su, giày và áo choàng có kích cỡ phù hợp để bảo vệ người thực hiện, bảo vệ kín đầu và mặt khi thao tác.

Trong trường hợp tiếp xúc hoặc nghi ngờ có tiếp xúc, cần phải rửa sạch bằng nước và đi khám ngay. Tham khảo tài liệu của nhà sản xuất để biết thêm thông tin.

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định quy trình lấy mẫu và phương pháp chuẩn độ để xác định độ axit tổng, hàm lượng axit hexaflorosilicic, hàm lượng các axit không bay hơi và phương pháp tính hàm lượng hydro florua của axit flohydric dạng nước sử dụng trong công nghiệp.

2 Lấy mẫu

Đối với hóa chất nguy hiểm này, nếu có yêu cầu mẫu thử phải được chuẩn bị bằng cách pha loãng từ mẫu lớn theo quy định trong 2.1.

2.1 Mẫu thử

2.1.1 Thuốc thử

Nước cất, hoặc nước có độ tinh khiết tương đương, và đã được đóng băng từ nước đó.

2.1.2 Thiết bị, dụng cụ

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

2.1.2.1 Chai chứa mẫu bằng polyolefin có nút vặn, dung tích 150 mL, vạch chia tại 100 mL.

2.1.3 Cách tiến hành

Phụ thuộc vào nồng độ axit flohydric trong mẫu đồng, cân khối lượng hỗn hợp của đá băng và nước (2.1.1) vào chai chứa mẫu (2.1.2.1) đã trừ bì, chính xác đến 0,01 g, theo Bảng 1.

Bảng 1 – Khối lượng hỗn hợp của đá và nước để chuẩn bị mẫu thử

Nồng độ mẫu lớn	Khối lượng hỗn hợp của đá và nước
% HF (theo khối lượng)	g
40 đến 50	0
50 đến 60	15
60 đến 70	35
> 70	50

Cẩn thận rót mẫu đồng vào chai chứa mẫu (2.1.2.1) đến vạch mức, để nguội nếu cần và cân lại khối lượng chính xác đến 0,01 g.

3 Xác định độ axit tổng và hàm lượng axit hexaflorosilicic – Phương pháp chuẩn độ

3.1 Phạm vi

Điều 3 quy định phương pháp chuẩn độ để xác định độ axit tổng và hàm lượng axit hexaflorosilicic của axit flohydric thương phẩm 40 % đến 85 % (theo khối lượng) sử dụng trong công nghiệp.

3.2 Lĩnh vực áp dụng

Điều 3 áp dụng để xác định hàm lượng axit hexaflorosilicic từ 0,2 % đến 10 % (theo khối lượng), tính theo axit hexaflorosilicic (H_2SiF_6).

3.3 Nguyên tắc

Chuẩn độ phần mẫu thử đá-lạnh với dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn natri hydroxit khi có kali nitrat và chất chỉ thị phenolphthalein, sau đó gia nhiệt hỗn hợp và chuẩn độ lần hai.

CHÚ THÍCH: Lần chuẩn độ đầu tiên tương ứng với các axit có đương lượng là 2 nhưng không kết tủa như axit hexaflorosilicic. Lần chuẩn độ thứ hai tương ứng với axit có đương lượng lớn hơn 4 được giải phóng sau khi hoà tan kết tủa kali hexaflorosilicicat bằng cách gia nhiệt.

3.4 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.

3.4.1 Đá nghiền, thu được từ nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

3.4.2 Kali nitrat, dung dịch bão hòa tại nhiệt độ phòng.

3.4.3 Natri hydroxit, dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn 1 N.

Bảo quản dung dịch này trong chai nhựa.

3.4.4 Natri hydroxit, dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn 0,1 N.

Bảo quản dung dịch này trong chai nhựa.

3.4.5 Phenolphthalein, dung dịch 10 g/L trong etanol.

Hòa tan 1 g phenolphthalein trong 100 mL etanol 95 % (theo thể tích). Thêm vào từng giọt dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn natri hydroxit (3.4.4) cho đến khi xuất hiện màu hồng nhạt, bền.

3.5 Thiết bị, dụng cụ

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

3.6 Cách tiến hành

3.6.1 Phần mẫu thử

Cân khoảng 2 g mẫu thử (2.1), chính xác đến 0,001 g, vào chai PTFE có nút hoặc chai polyolefin có nút.

3.6.2 Cách xác định

Chuyển định lượng phần mẫu thử (3.6.1) vào cốc polyolefin dung tích 250 mL đã có sẵn hỗn hợp nhão gồm 20 mL dung dịch kali nitrat (3.4.2) và đá nghiền (3.4.1). Dùng nước đá-lạnh rửa sạch chai cân và thu dịch rửa vào trong cốc.

Thêm 5 giọt dung dịch phenolphthalein (3.4.5) trong khi giữ dung dịch đá-lạnh, chuẩn độ lần một với dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn natri hydroxit (3.4.3) cho đến khi gần đạt điểm cuối. Hoàn thành quá trình chuẩn độ tiếp với dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn natri hydroxit (3.4.4) đến khi xuất hiện màu hồng nhạt, bền.

Chuyển định lượng hỗn hợp trong cốc polyolefin sang cốc thủy tinh dung tích 400 mL, gia nhiệt đến vừa sôi, và chuẩn độ lần hai ngay với dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn natri hydroxit (3.4.4) đến khi xuất hiện màu hồng nhạt bền.

3.7 Biểu thị kết quả

3.7.1 Độ axit tổng

Độ axit tổng, a , tính bằng phần trăm khối lượng axit flohydric (HF), theo công thức sau

$$a = 0,2001 \times \frac{10V_1 + V_2 + V_3}{m_0} \times \frac{m_1}{m_1 - m_2}$$

3.7.2 Hàm lượng axít hexaflorosilicic

Hàm lượng axít hexaflorosilicic, b , tính bằng phần trăm khối lượng axít hexaflorosilicic (H_2SiF_6), theo công thức sau

$$b = \frac{0,3603V_3}{m_0} \times \frac{m_1}{m_1 - m_2}$$

trong đó

V_1 là thể tích của dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn natri hydroxit (3.4.3) sử dụng trong chuẩn độ lần một, tính bằng mililit;

V_2 là thể tích của dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn natri hydroxit (3.4.4) sử dụng để hoàn thành chuẩn độ lần một, tính bằng mililit;

V_3 là thể tích của dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn natri hydroxit (3.4.4) sử dụng trong chuẩn độ lần hai, tính bằng mililit;

CHÚ THÍCH: Nếu nồng độ dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn sử dụng không chính xác như quy định trong danh mục thuốc thử, thực hiện hiệu chỉnh thích hợp.

m_0 là khối lượng phần mẫu thử (3.6.1), tính bằng gam;

m_1 là khối lượng mẫu thử (2.1), tính bằng gam;

m_2 là khối lượng hỗn hợp đá/nước sử dụng để chuẩn bị mẫu thử, tính bằng gam;

4 Xác định hàm lượng axít không bay hơi – Phương pháp chuẩn độ

4.1 Phạm vi

Điều 4 quy định phương pháp chuẩn độ để xác định hàm lượng axít không bay hơi tại nhiệt độ 100 °C của axít flohydric thương phẩm từ 40 % đến 85 % (theo khối lượng) sử dụng trong công nghiệp.

4.2 Lĩnh vực áp dụng

Điều 4 áp dụng để xác định hàm lượng axít không bay hơi từ 0,025 % đến 5 % (theo khối lượng), tính theo axít sulfuric (H_2SO_4).

4.3 Nguyên tắc

Làm bay hơi để loại bỏ axit dễ bay hơi và chuẩn độ axit không bay hơi còn lại với dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn natri hydroxit, sử dụng chất chỉ thị phenolphthalein.

4.4 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, mới đun sôi và để nguội.

4.4.1 Natri hydroxit, dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn 0,1 N.

4.4.2 Phenolphthalein, dung dịch 10 g/L trong etanol.

Hòa tan 1 g phenolphthalein trong 100 mL etanol 95 % (theo thể tích). Thêm từng giọt dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn natri hydroxit (4.4.1) cho đến khi xuất hiện màu hồng nhạt bền.

4.5 Thiết bị, dụng cụ

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

4.5.1 Đĩa platin, dung tích khoảng 150 mL.

4.6 Cách tiến hành

4.6.1 Phần mẫu thử

Lấy một thể tích mẫu thử (2.1) thích hợp, cho vào ống đong bằng polyolefin. Đối với mẫu thử dự kiến có nồng độ axit không bay hơi nhỏ hơn 1 % (theo khối lượng) thì thể tích phần mẫu thử là 40 mL. Đối với mẫu thử dự kiến có nồng độ axit không bay hơi cao hơn, thì lấy tương ứng phần mẫu thử nhỏ hơn.

4.6.2 Cách xác định

Chuyển định lượng phần mẫu thử (4.6.1) vào đĩa platin (4.5.1). Làm bay hơi trong bồn cách thủy trong tủ hút cho đến khi gần khô. Thêm 25 mL nước và tiếp tục làm bay hơi đến khô hoàn toàn.

Chuyển định lượng phần cặn vào bình tam giác dung tích 250 mL, sử dụng tổng thể tích nước khoảng 25 mL để tráng đĩa.

Thêm 5 giọt dung dịch phenolphthalein (4.4.2) và tiến hành chuẩn độ với dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn natri hydroxit (4.4.1) cho đến khi xuất hiện màu hồng nhạt bền.

4.7 Biểu thị kết quả

Hàm lượng axit không bay hơi, c, tính bằng phần trăm khối lượng axit sulfuric (H_2SO_4), theo công thức sau:

$$c = \frac{0,4904V_4}{\rho V_5} \times \frac{m_1}{m_1 - m_2}$$

trong đó

V_4 là thể tích của dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn natri hydroxit (4.4.1) sử dụng để chuẩn độ, tính bằng mililit;

CHÚ THÍCH: Nếu nồng độ dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn sử dụng không chính xác như quy định trong danh mục thuốc thử, thực hiện hiệu chỉnh thích hợp.

V_5 là thể tích phần mẫu thử (4.6.1), tính bằng mililit;

ρ khối lượng riêng mẫu thử (2.1), tính bằng gam trên mililit;

CHÚ THÍCH: ρ có thể được giả định, với đủ độ chính xác, để đạt 1,0 g/mL.

m_1 là khối lượng mẫu thử (2.1), tính bằng gam;

m_2 là khối lượng hỗn hợp đá/nước sử dụng để chuẩn bị mẫu thử, tính bằng gam;

5 Tính toán hàm lượng hydro florua

5.1 Phạm vi áp dụng

Điều 5 quy định phương pháp xác định hàm lượng hydro florua của axit flohydric dạng lỏng từ 40 % đến 85 % (theo khối lượng) sử dụng trong công nghiệp, sử dụng kết quả nhận được từ phép xác định được quy định trong Điều 3 và Điều 4.

5.2 Tính kết quả

Hàm lượng hydro florua, tính bằng phần trăm khối lượng hydro florua (HF), theo công thức sau:

$$a - [(b \times 0,833) + (c \times 0,408)] = a - 0,833b - 0,408c$$

trong đó

a là độ axit tổng tính bằng phần trăm khối lượng axit flohydric (HF); xác định theo Điều 3;

b là hàm lượng axit hexaflorosilicic, tính bằng phần trăm khối lượng axit hexaflorosilicic (H_2SiF_6), xác định theo Điều 3;

c là hàm lượng axit không bay hơi, tính bằng phần trăm khối lượng axit sulfuric (H_2SO_4), xác định theo Điều 4;

0,833 là hệ số chuyển đổi axit hexaflorosilicic (H_2SiF_6) thành hydro florua (HF);

0,408 là hệ số chuyển đổi axit sulphuric (H_2SO_4) thành hydro florua (HF).

6 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.

Phụ lục A
(Tham khảo)

**Các tiêu chuẩn liên quan đến axit flohydric khan và axit flohydric dạng lỏng
sử dụng trong công nghiệp**

Hydroflorua khan

ISO 3137, *Sampling (Lấy mẫu)*.

ISO 3138, *Determination of non-volatile acid content – Titrimetric method (Xác định hàm lượng axit không bay hơi – Phương pháp chuẩn độ)*.

ISO 3699, *Determination of water content – Karl Fischer method (Xác định hàm lượng nước – Phương pháp Karl Fischer)*.

ISO 3700, *Determination of water content – Conductimetric method (Xác định hàm lượng nước – Phương pháp đo độ dẫn)*

ISO 3701, *Determination of hexafluorosilicic acid content – Reduced molybdosilicate photometric method (Xác định hàm lượng acid hexaflorosilicic – Phương pháp đo quang khử molybdosilicat)*.

ISO 3702, *Determination of sulphur dioxide content – Iodometric method (Xác định hàm lượng lưu huỳnh dioxit – Phương pháp chuẩn độ iốt)*.

Axit flohydric dạng lỏng

TCVN 11115 (ISO 3139), *Lấy mẫu và phương pháp thử*.
