

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

**TCVN 10422:2014
ISO 3704:1975**

Xuất bản lần 1

**LƯU HUỖNH SỬ DỤNG TRONG CÔNG NGHIỆP –
XÁC ĐỊNH ĐỘ AXIT – PHƯƠNG PHÁP CHUẨN ĐỘ**

Sulphur for industrial use – Determination of acidity – Titrimetric method

HÀ NỘI – 2014

Lời nói đầu

TCVN 10422:2014 hoàn toàn tương đương với ISO 3704:1976. ISO 3704:1976 đã được rà soát và phê duyệt lại vào năm 2012, với bố cục và nội dung không thay đổi.

TCVN 10422:2014 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.

Lưu huỳnh sử dụng trong công nghiệp – Xác định độ axit – Phương pháp chuẩn độ

Sulphur for industrial use – Determination of acidity – Titrimetric method

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp chuẩn độ để xác định độ axit của lưu huỳnh sử dụng trong công nghiệp.

Phương pháp được áp dụng cho sản phẩm có tính axit, được tính theo axit sulfuric (H_2SO_4), lớn hơn hoặc bằng 0,01 % (theo khối lượng).

2 Nguyên tắc

Sử dụng hỗn hợp nước và propan-2-ol để chiết các chất có tính axit. Chuẩn độ phản dịch chiết bằng dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn natri hydroxit với sự có mặt của chất chỉ thị phenolphthalein.

3 Thuốc thử

Trong quá trình phân tích, chỉ sử dụng hóa chất, thuốc thử có cấp tinh khiết phân tích và nước cất, vừa được đun sôi và làm nguội, hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

3.1 Propan-2-ol, được đun sôi, làm nguội từ trước và được trung hòa với sự có mặt của dung dịch phenolphthalein (3.3).

3.2 Natri hydroxit, dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn 0,1 N, vừa được chuẩn bị và không chứa cacbonnat.

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

Hòa tan 1 g phenolphthalein trong 60 mL etanol 95 % (theo thể tích) và dùng nước pha loãng đến 100 mL.

4 Thiết bị, dụng cụ

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

5 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu thử

Lấy mẫu theo TCVN 1694:2009 (ISO 8213:1986) *Sản phẩm hóa học sử dụng trong công nghiệp – Kỹ thuật lấy mẫu – Sản phẩm hóa học rắn ở dạng hạt từ bột đến tảng thô.*

Chuẩn bị mẫu thử từ mẫu phòng thử nghiệm bằng cách nghiền đủ lượng mẫu chưa sấy cho đến khi hạt mẫu lọt qua sàng có kích thước lỗ danh định 250 µm.

6 Cách tiến hành

6.1 Phần mẫu thử

Cân khoảng 25 g mẫu thử (Điều 5), chính xác đến 0,1 g, cho vào trong bình tam giác dung tích 250 mL có nút thủy tinh nhám.

6.2 Cách xác định

Thêm 25 mL propan-2-ol (3.1) vào bình tam giác có chứa phần mẫu thử (6.1), đậy nút bình và lắc cho đến khi lưu huỳnh bị thấm ướt hoàn toàn. Sau đó thêm 50 mL nước, đậy nút bình, và lắc tiếp trong 2 min. Để yên khoảng 20 min, thỉnh thoảng lắc lại.

Nhỏ vài giọt dung dịch phenolphthalein (3.3), chuẩn độ với dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn natri hydroxit (3.2) cho đến khi xuất hiện màu hồng.

7 Biểu thị kết quả

Độ axit, biểu thị bằng phần trăm khối lượng axit sulfuric (H₂SO₄), tính theo công thức:

$$V \times \frac{1}{10} \times 0,049 \times \frac{100}{m} = \frac{0,49 \times V}{m}$$

trong đó

V là thể tích của dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn natri hydroxit (3.2) dùng để chuẩn độ, tính bằng mililit;

m là khối lượng của phần mẫu thử (6.1), tính bằng gam;

0,049 là khối lượng của axit sulfuric (H₂SO₄) tương ứng 1 mL của dung dịch natri hydroxit chính xác 1 N.

CHÚ THÍCH: Nếu dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn sử dụng mà không đúng nồng độ được đưa ra trong danh mục hóa chất, thuốc thử thì phải áp dụng hiệu chỉnh cho thích hợp.

8 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải bao gồm các thông tin cụ thể sau:

- a) Viện dẫn tiêu chuẩn này;
- b) Biểu thị kết quả và phương pháp sử dụng;
- c) Bất kỳ đặc điểm bất thường nào 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 lưu huỳnh sử dụng trong công nghiệp

TCVN 10420 (ISO 3425), *Lưu huỳnh sử dụng trong công nghiệp – Xác định hàm lượng tro ở 850 °C đến 900 °C và cặn ở 200 °C.*

TCVN 10421 (ISO 3426), *Lưu huỳnh sử dụng trong công nghiệp – Xác định hao hụt khối lượng ở 80 °C.*

TCVN 10422 (ISO 3704), *Lưu huỳnh sử dụng trong công nghiệp – Xác định độ axit – Phương pháp chuẩn độ.*

TCVN 10423 (ISO 3705), *Lưu huỳnh sử dụng trong công nghiệp – Xác định hàm lượng asen – Phương pháp đo quang bạc dietyldithiocacbammat.*

ISO 2866, *Sulphur for industrial use – Determination of total carbon content – Titrimetric method (Lưu huỳnh sử dụng trong công nghiệp – Xác định hàm lượng cacbon tổng – Phương pháp chuẩn độ).*

ISO 5793, *Sulphur for industrial use – Determination of chloride content – Photometric method (Xác định hàm lượng clorua – Phương pháp đo quang).*
