

<b>VIỆT NAM DÂN CHỦ CỘNG HOÀ</b>	<b>TIÊU CHUẨN NHÀ NƯỚC</b>	<b>TCVN 138-64</b>
<b>ỦY BAN KHOA HỌC NHÀ NƯỚC</b>	<b>AXIT SUNFURIC ACQUY</b>	
<b>Viện Đo lường và tiêu chuẩn</b>		

Tiêu chuẩn này áp dụng cho axit sunfuric acquy sản xuất bằng phương pháp tiếp xúc.

### 1. YÊU CẦU KỸ THUẬT

Chia axit ra làm hai loại: I và II tùy theo hàm lượng tạp chất chứa trong nó.

- Nồng độ axit cả hai loại I và II đều phải đạt trên 92 %.
- Màu của axit từng loại không được đậm hơn màu của dung dịch mẫu quy định ở mục 11.
- Hàm lượng ( % ) các tạp chất không được quá:

TÊN TẠP CHẤT	Loại I	Loại II
a) Cặn không bay hơi ( không kể lượng chì tan ra khi chuyên chở trong các toa thùng lót chì)	0,03	0,05
b) Mangan ( Mn )	0,00005	0,0001
c) Sắt ( Fe )	0,006	0,012
d) Clo ( Cl )	0,0005	0,0005
e) Asen ( As )	0,00005	0,0001
g) Nitơ oxyt ( $N_2O_5$ ) sunfua( không kể chì và sắt)	0,00005	0,0001
h) Các chất khử kali pemanganat	theo quy định ở mục 18	
i) Kim loại nặng bị kết tủa bởi sunfua( không kể chì và sắt)	theo quy định ở mục 19	

4. Axit sunfuric acquy phải được bộ phận kiểm tra kỹ thuật của nhà máy sản xuất kiểm nghiệm và chấp nhận. Bên nhà máy khi giao hàng phải đảm bảo axit bán ra theo đúng các yêu cầu của tiêu chuẩn này. Mỗi lô hàng phải được kèm theo giấy chứng nhận chất lượng của axit.

### II. PHƯƠNG PHÁP THỬ

5. Bên nhận hàng có quyền căn cứ vào các quy định về lấy mẫu và các phương pháp thử của tiêu chuẩn này để kiểm tra chất lượng của axit nếu thấy cần thiết.

6. Lấy mẫu để thử trong 5 % số chai của lô hàng nhưng không được ít quá 5 chai đối với lô hàng bé.

Dụng cụ lấy mẫu là một ống thủy tinh dài để thông đến tận đáy chai. Trước khi lấy mẫu phải khuấy thật đều axit đựng trong chai.

Trường hợp thử axit trong các toa thùng lót chì thì lấy mẫu trong từng toa một, vị trí lấy là ở trên, ở giữa và ở đáy toa rồi trộn chung lại.

Khối lượng chung của mẫu thử khoảng 1 kg.

7. Trộn mẫu thử lấy được đem đựng vào hai chai thủy tinh sạch khô, có nút thủy tinh nhám. Ngoài chai dán nhãn, trên nhãn ghi: Tên đơn vị sản xuất, tên và loại sản phẩm, số hiệu của lô hàng hoặc toa thùng đã được lấy mẫu, ngày, tháng, năm, người lấy mẫu. Một chai đem phân tích. Một chai để lại trong 3 tháng để đối chứng khi cần phân tích trọng tài. Chọn phòng thí nghiệm phân tích trọng tài do sự thoả thuận của các bên hữu quan.

8. Trong trường hợp kết quả phân tích không đạt yêu cầu thì phải lấy một lượng axit gấp đôi trong mẫu thử để phân tích lại. Kết quả lần phân tích này dù chỉ một chỉ tiêu không đạt thì cả lô hàng cũng bị loại bỏ.

9. Những thuốc thử dùng để phân tích, danh từ tinh khiết loại I ứng với loại " x.(□ của Liên xô hay "p.a" của các nước khác, danh từ loại II ứng với "đồ của Liên xô hay " c.p" của các nước khác.

10. Xác định nồng độ axit sunfuric ( $H_2SO_4$ )

a) Nguyên tắc của phương pháp

Dùng dung dịch kiềm mạnh đã biết trước nồng độ để chuẩn độ axit.

b) Hoá chất

Natri hydroxit NaOH hay kali hydroxit KOH, tinh khiết loại I, dung dịch 0,5 N

Metyl đỏ, dung dịch rượu 0,1 %.

c) Cách làm

Trong một lọ cân có nắp đã sấy khô

Amoni hydroxit  $NH_4OH$ , tinh khiết loại II, dung dịch 25 %.

Natri sunfua  $Na_2S \cdot 9 H_2O$ , tinh khiết loại II, dung dịch 2 %.

Gelatin, loại dùng trong thực phẩm, dung dịch 1 %.

Chì axetat  $Pb(CH_3COO)_2 \cdot 3H_2O$ , tinh khiết loại II; dung dịch mẫu điều chế như sau:

Hoà tan 0,157 g chì axetat bằng nước cất rồi chuyển vào bình cầu định mức dung tích 1 lit. Thêm nước cất đến vạch và lắc cẩn thận.

c) Cách làm

Chọn hai ống so màu có màu sắc và kích thước như nhau. Trong một ống cho vào khoảng 20 ml axit cần thử, ống còn lại cho vào 10 ml nước cất, 3 ml dung dịch gelatin, 2-3 giọt amoni hydroxyt, 3 ml dung dịch natri sunfua và 1 ml dung dịch chì axetat mẫu nếu để axit loại I, và 2 ml dung dịch chì axetat mẫu nếu dùng để xác định axit loại II và lắc đều.

Mẫu của axit cần thử không được đậm hơn màu của dung dịch này.

## 12. Xác định hàm lượng cặn không bay hơi

Lắc kỹ mẫu axit cần thử. Cho vào chén sứ hay bạch kim đã làm khô đến khối lượng không đổi và cân chính xác đến 0,0002 g khoảng 25 ml axit cần thử. Cân chén đựng axit bay hơi đến khô trên bếp cát hay bếp điện. Nung cặn khô ở 600-700<sup>0</sup>C từ 5-7 phút. Làm nguội trong bình hút ẩm rồi cân chính xác đến 0,0002 g.

Hàm lượng ( % ) cặn không bay hơi  $X_2$  tính theo công thức:

$$X_2 = \frac{G_1 \cdot 100}{G}$$

trong đó:

$G_1$ - lượng cặn không bay hơi, tính bằng g;

G- lượng axit cần thử đã cân, tính bằng g.

## 13. Xác định hàm lượng mangan ( Mn)

### a) Nguyên tắc của phương pháp

Oxy hoá tạp chất mangan thành axit pemanganic có màu tím hồng. So sánh bằng mắt màu của dung dịch này với màu của dung dịch mẫu.

### b). Hoá chất

Axit sunfuric  $H_2SO_4$ , tinh khiết loại I, tỷ trọng 1,84

Bạc nitrat  $AgNO_3$ , tinh khiết loại II, dung dịch 0,1 N

Axit photphoric  $H_3PO_4$ , tinh khiết loại II, tỷ trọng 1,65.

Amoni pemanganat  $(NH_4)_2S_2O_8$ , tinh khiết loại II.

Kali pemanganat  $KMnO_4$ , tinh khiết loại I, dung dịch mẫu điều chế như sau:

Dung dịch A: Hoà tan 2,877 g kali pemanganat bằng nước cất nóng rồi chuyển vào bình cầu định mức dung tích 1 lit, làm nguội, thêm nước cất đến vạch và lắc cẩn thận;

Dung dịch B: 10 ml dung dịch A pha loãng bằng nước cất trong bình cầu định mức đến thể tích 100 ml.

1 ml dung dịch B tương ứng với 0,1 mg mangan.

### c) Cách làm

Cho 10-15 ml nước cất, 2 ml axit sunfuric tinh khiết loại I và 1 ml axit photphoric vào chén đựng cặn không bay hơi ( mục 12). Đun sôi, lọc dung dịch vào cốc 100 ml và rửa tiếp cặn trên giấy lọc 2-3 lần. Thêm vào dung dịch lọc 1 ml bạc nitrat, 1-2 g amoni persulfat, đun nhẹ cho đến khi phân huỷ hết amoni persulfat và xuất hiện màu tím hồng. Lúc dung dịch đã nguội đổ vào ống so màu. Lấy một ống so màu khác có màu sắc và kích thước giống như ống kia, cho vào một lượng nước cất gần bằng thể tích vừa thu được ở ống trước. Dùng microburet nhỏ từ từ dung dịch B vào ống nước cất, lắc đều cho đến khi màu của hai dung dịch giống nhau.

Hàm lượng ( % ) mangan  $X_3$  tính theo công thức;

$$X_3 = \frac{V \cdot 0,0001 \cdot 100}{G} = \frac{0,01 V}{G},$$

trong đó:

V- lượng dung dịch B đã dùng, tính bằng ml;

G- lượng axit cân thử đã cân ở mục 12, tính bằng g.

14. Xác định hàm lượng sắt ( Fe)

A. Phương pháp dùng máy so màu quang điện

a) Nguyên tắc của phương pháp

Dùng máy đo màu quang điện để so màu của phức chất đã được tạo thành giữa ion Fe III với ion sunfosalixilat trong môi trường axit.

b) Hoá chất

Phèn sắt  $\text{Fe}(\text{SO}_4)_2(\text{NH}_4) \cdot 12 \text{H}_2\text{O}$ , tinh khiết loại I.

Axit sunfosalixilic  $\text{C}_6\text{H}_3(\text{OH})(\text{SO}_3) \text{COOH}$ , tinh khiết loại i

Axit nitric,  $\text{HNO}_3$ , tinh khiết loại i, tỷ trọng 1,40.

Tropeolin ô, tinh khiết loại II.

Axit clohydric  $\text{HCl}$ , tinh khiết loại II, tỷ trọng 1,19 và dung dịch 2 N.

Axit sunfuric  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , tinh khiết loại i, tỷ trọng 1,84.

a dinitrophenol, tinh khiết loại II.

Amoni hydroxyt  $\text{NH}_4\text{OH}$ , tinh khiết loại II, dung dịch 25 %, 10 %, 5%,

Nước cất.

Dung dịch I: Cho 50 g axit sunfuric tinh khiết loại I vào cốc dung tích 350-400 ml đã có sẵn khoảng 120 ml nước cất, thêm 5 ml axit nitric, đun sôi trong 5-7 phút. Sau khi nguội cho thêm 5 ml dung dịch II, trung hoà bằng amoni hydroxyt 10 % đến khi dung dịch có màu vàng. Để nguội rồi dùng pipet nhỏ từ từ axit clohydric 2N cho đến khi dung dịch mất màu. Chuyển tất cả dung dịch trong cốc vào bình cầu định mức dung tích 500 ml, thêm nước đến vạch và lắc cẩn thận.

Dung dịch II: a dinitrophenol bão hoà trong nước cất ở nhiệt độ thường.

Dung dịch III : Hoà tan 10 g axit sunfosalixilic trong 20 ml nước cất, trung hoà bằng dung dịch amoni hydroxyt 10 % đến pH=2 nghĩa là khi nhỏ dung dịch lên giấy tẩm tropeolin OO mà màu tím chuyển sang màu đỏ nhạt thì trung hoà đã xong. Thêm nước cất đến 100 ml.

Giấy tẩm tropeolin OO làm như sau: Nhúng giấy lọc vào dung dịch tropeolin OO 0,1 %. Để khô trong không khí không có hơi axit và hơi amoniac.

c) Pha các dung dịch mẫu để vẽ đường cong chuẩn

Dung dịch A : Hoà tan 8,6109 g phen sắt bằng nước cất trong bình cầu định mức dung tích 1 lit. Axit hoá dung dịch bằng axit clohidric. Thêm nước cất đến vạch.

1 ml dung dịch A tương ứng với 1 mg sắt.

Dung dịch B : 25 ml dung dịch A pha thêm nước cất đến 1 lit trong bình cầu định mức.

1 ml dung dịch B tương ứng với 0,025 mg sắt.

Các dung dịch mẫu : Cho vào trong các bình cầu định mức dung tích 100 ml những lượng dung dịch B sao cho lượng sắt chứa trong các bình không được chênh nhau quá 0,1 ml. Thêm vào mỗi bình cầu 50 ml dung dịch I. Lắc đều . Trung hoà bằng amoni hydroxyt 5 % cho đến khi có màu vàng. Sau đó thêm 25 ml dung dịch III rồi pha thêm nước cất đến vạch . Khuấy đều, để yên 15 phút, sau đó đo trong máy màu quang điện.

#### d) Cách đo

Đổ dung dịch I vào cuvet rồi đặt vào máy để xác định điểm zero của máy. Sau đó bắt đầu đo từng dung dịch mẫu. Ghi lấy những chỉ số của dụng cụ. Căn cứ vào số liệu đo được để vẽ đường cong chuẩn ( trực hoành ghi số mg, trực tung ghi những chỉ số của dụng cụ).

Chú thích: Không được dùng dung dịch B đã pha quá 1 ngày. Mẫu của dung dịch bên trong hai tuần. Cần bảo quản các dung dịch mẫu trong chỗ tối.

#### e). Cách xác định hàm lượng sắt bằng máy

Dùng pipet lấy 15 ml axit cần thử cho vào cốc dung tích 250 ml đã có sẵn 60 ml nước cất, thêm 3 ml axit nitric, đun sôi trong 5-7 phút. Sau khi làm nguội thêm vào 3 ml dung dịch II, trung hoà bằng dung dịch amoni hydroxyt 10 % cho đến khi xuất hiện màu vàng. Làm nguội rồi thêm axit clohydric 2 N cho đến khi dung dịch. Chuyển tất cả dung dịch vào bình cầu định mức dung tích 250 ml, thêm nước cất đến vạch, lắc cẩn thận. Lấy 50 ml dung dịch vừa được pha cho vào bình định mức dung tích 100 ml, trung hoà bằng amoni hydroxyt 5 % cho đến khi xuất hiện màu vàng. Cho vào 25 ml dung dịch III. Thêm nước cất đến vạch và lắc cẩn thận. Để yên 15 phút rồi mới bắt đầu đo.

Hàm lượng ( % ) sắt  $X_4$  tính theo công thức:

$$X_4 = \frac{v \cdot 250 \cdot 100}{15 \cdot ( \cdot 50 \cdot 10000 } = \frac{v}{30 \text{ g}}$$

trong đó:

v

$\square \}} -$  lượng sắt tìm được trên đường cong chuẩn, tính bằng g:  
1000

g- khối lượng riêng của axit cần thử, tính bằng g/ cm<sup>3</sup>.

### B. Phương pháp so màu bằng mắt

Phương pháp này chỉ áp dụng khi không có máy đo màu quang điện.

a) Nguyên tắc của phương pháp

So màu bằng mắt dung dịch axit cần thử đã tạo thành phức chất màu đỏ nâu với ion sunfoxyanua với màu của dung dịch mẫu.

b) Hoá chất

Axit nitric  $\text{HNO}_3$ , tinh khiết loại I, tỷ trọng 1,40.

Amoni sunfoxyanua  $\text{NH}_4\text{CNS}$ , tinh khiết loại II, dung dịch 5 %.

Rượu isoamylic  $\text{C}_5\text{H}_{11}\text{OH}$ , tinh khiết loại II.

Phèn sắt