

**Nhôm sunfat kỹ thuật**  
Technical Aluminum Sulphate

**1 Phạm vi áp dụng**

Tiêu chuẩn này áp dụng cho nhôm sunfat ngậm nước ( còn được gọi là phèn đơn) được sản xuất từ nhôm hidroxit và axit sunfuric

Công thức phân tử :  $Al_2(SO_4).nH_2O$ .

**2. Tiêu chuẩn trích dẫn**

TCVN 1694-75 Sản phẩm hoá học- Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu.

TVN 4851-89 Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm.

TCVN 1058-78 Hoá chất. Phân nhóm và ký hiệu mức độ tinh khiết

TCVN 1272-86 Thuốc thử và hoá chất tinh khiết đặc biệt-phương pháp phức chất- xác định hàm lượng

TCVN 4374-86 Thuốc thử-phương pháp chuẩn bị dung dịch chỉ thị

TCVN 1055-86 Thuốc thử-Phương pháp chuẩn bị các thuốc thử dung dịch và hỗn hợp phụ dùng trong phân tích

TCVN 3732-82 Thuốc thử- Phương pháp xác định cặn không tan trong nước

TCVN 2297-86 Thuốc thử axit nitric

TCVN 3778-83 Thuốc thử-phương pháp xác định arsen

TCVN 1056-86 Thuốc thử- Phương pháp chuẩn bị các dung dịch dùng cho phân tích trắc quang và phân tích đực khuếch tán

TCVN 5507-91 Hoá chất nguy hiểm- Quy phạm an toàn trong sản xuất , sử dụng, bảo quản và vận chuyển

**3 Yêu cầu kỹ thuật**

3.1 Nhôm sunfat kỹ thuật được chia thành hai loại:

- nhôm sunfat kỹ thuật thông dụng;
- nhôm sunfat kỹ thuật chất lượng cao.

3.2 Các chỉ tiêu hoá lý của nhôm sunfat kỹ thuật phải phù hợp với mức quy định trong bảng 1.

Bảng 1- Chỉ tiêu và mức của nhôm sunfat kỹ thuật  
Tính bằng phần trăm

Tên chỉ tiêu	Mức quy định	
	Nhôm sunfat kỹ thuật thông dụng	Nhôm sunfat kỹ thuật chất lượng cao
1. Dạng bên ngoài	Dạng hạt, tấm , mảnh, với kích thước không xác định. Màu trắng đục	Dạng hạt, tấm, mảnh, với kích thước không xác định. Màu

	hay vàng chanh hoặc hồng nhạt	trắng đục.
2. Hàm lượng cặn không tan trong nước, không lớn hơn	0,500	0,100
3. Hàm lượng nhôm quy ra $Al_2O_3$ , không nhỏ hơn	15,000	17,000
4. Hàm lượng sắt quy ra $Fe_2O_3$ , không lớn hơn	0,040	0,020
5. Hàm lượng asen quy ra $As_2O_3$ , không lớn hơn	0,001	0,001
6. Hàm lượng kim loại nặng quy ra Pb, không lớn hơn	0,005	0,005
7. Hàm lượng axit sunfuric tự do, không lớn hơn	0,200	0,100

#### **4. Phương pháp thử**

##### **4.1 Quy định chung**

4.1.1 Nước cất dùng để phân tích phải theo các quy định trong TCVN 2117-77

4.1.2 Thuốc thử dùng trong tiêu chuẩn này là loại tinh khiết hoá học ( TKHH) hay tinh khiết phân tích ( TKPT).

4.1.3 Các phép thử phải tiến hành song song trên 2 mẫu cân

4.1.3 Ống so màu phải là cùng loại trong một lần phân tích

4.1.5 Cân phân tích có độ chính xác đến 0,01 g.

##### **4.2 Lấy mẫu**

4.2.1 Lô hàng được lấy mẫu

Lô hàng là lượng sản phẩm được sản xuất từ cùng một đợt nguyên liệu ban đầu, được đóng gói trong cùng một loại bao bì và được gửi đến hay được bảo quản tại cùng một địa chỉ.

4.2.2 Trình tự lấy mẫu tại mỗi lô

Nguyên tắc lấy mẫu tuân theo quy định trong lược đồ lấy mẫu của TCVN 1694-75. Nội dung lấy mẫu như sau:

Căn cứ vào số lượng đơn vị bao gói ( lấy khối lượng chuẩn để tính là 25 kg) có trong lô để quyết định số đơn vị cần lấy mẫu. Tại mỗi đơn vị bao gói được chọn sẽ lấy ra một mẫu có trong đơn vị, gọi là mẫu ban đầu. Tỷ lệ bao được lấy và lượng mẫu ban đầu theo quy định trong bảng 2.

Bảng 2 - Tỷ lệ lấy mẫu trong lô

Tổng số đơn vị bao gói có trong lô	Số đơn vị được chọn để lấy mẫu ban đầu	Khối lượng mẫu ban đầu lấy ra từ mỗi đơn vị được chọn, g
đến 300	3	500
từ 301 đến 500	4	400
từ 501 đến 1500	5	300
từ 1501 đến 3001	7	300
từ 3001 đến 10 000	10	200

Đối với lô hàng có trên 10 000 bao thì cần phân thành nhiều lô nhỏ có số lượng đơn vị bao gói nằm trong khoảng quy định trong bảng 2. Sau đó tiến hành lấy mẫu riêng biệt cho từng lô nhỏ này.

#### 4.2.3 Tạo mẫu chung

Trộn đều các mẫu ban đầu để được mẫu chung. Mẫu này đại diện cho lô hàng. Mẫu phải được bảo quản nơi khô ráo. Trên bao bì đựng mẫu phải ghi rõ:

- tên sản phẩm;
- số lô hàng;
- người lấy mẫu
- ngày, tháng, và địa điểm lấy mẫu

4.2.4 Mẫu thử nghiệm được chuẩn bị từ mẫu chung, theo nguyên tắc chia tư mẫu này cần bảo đảm đủ khối lượng để phân tích thường lấy khoảng 200 g. Phần còn lại của mẫu chung là mẫu lưu được bảo quản nơi khô ráo, trong thời gian ít nhất là 30 ngày để khi cần đem phân tích trọng tài.

### 4.3 Dung dịch mẫu để phân tích

Cân khoảng 25 g mẫu thử nghiệm với độ chính xác 0,001 g cho vào cốc dung tích 250 ml. Thêm 200 ml nước nóng và 5 giọt axit sunfuric (1:1), khuấy đều và đun sôi trên bếp cách thủy trong thời gian 30 phút. Lọc dung dịch qua giấy lọc không tro. Rửa cặn trên giấy bằng nước nóng nhiều lần cho tới khi không còn ion sunfat trong nước lọc (thử bằng dung dịch bari clorua). Chuyển dung dịch và nước rửa vào bình định mức 500 ml và thêm nước đến vạch, lắc kỹ. Giữ cặn lại trên giấy lọc không tro để xác định hàm lượng cặn không tan trong nước (4.4).

Dung dịch sau định mức gọi là dung dịch mẫu để phân tích. Dung dịch này được sử dụng để xác định các chỉ tiêu hoá học của mẫu thử.

Chú thích – Trong trường hợp chỉ xác định một chỉ tiêu cụ thể nào đó, cho phép dùng lượng cân riêng rẽ cho mọi lần phân tích. Nhưng trước khi định phân tích phải hòa tan mẫu bằng nước theo tỷ lệ rắn : lỏng = 1 : 20 để có thể áp dụng được công thức tính kết quả cho chỉ tiêu đó tại phần tương ứng của tiêu chuẩn.

### 4.4. Xác định hàm lượng cặn không tan trong nước

#### 4.4.1 Cách tiến hành

Cho giấy lọc và cặn (4.3) vào chén sứ đã biết khối lượng, sấy khô và nung ở  $1000^{\circ}\text{C} \pm 50^{\circ}\text{C}$ , cân đến khối lượng không đổi.

#### 4.4.2 Tính kết quả

Hàm lượng cặn không tan trong nước, tính bằng % theo công thức:

$$X_1 = \frac{g_2 - g_1}{G} \cdot 100$$

Trong đó

$g_1$  là khối lượng chén không, gam;

$g_2$  là khối lượng chén và cặn sau khi nung, gam;

G là khối lượng mẫu thử ( mục 4.3), gam

#### **4.5 Xác định hàm lượng nhôm oxit**

##### 4.5.1 Nguyên tắc

Xác định nhôm bằng phương pháp chuẩn độ complexon ở pH từ 5,5 đến 6,0 với chỉ thị xylenol dacam với cách chuẩn độ thay thế

##### 4.5.2 Dụng cụ và thuốc thử

- buret: dung tích 25 ml;
- bình nón : dung tích 250 ml;
- dung dịch đệm axetat có pH từ 5,5 đến 6,0 : chuẩn bị theo bảng 11 trong TCVN 1056-86 hay theo phần 2 trong TCVN 1272-86 ( phần quy định cho dung dịch đệm II)
- trilon B, dung dịch 0,025 M: chuẩn bị theo điều 3.2 trong TCVN 1272-86;
- kẽm axetat, dung dịch 0,025 M: chuẩn bị theo điều 3.6 trong TCVN 1272-86;
- amoni hidroxit, dung dịch ( 1 : 3);
- xylenol dacam , dung dịch 0,1 %: chuẩn bị theo điều 2.5.25, bảng 5 trong TCVN 4374-86 và điều lưu ý về chỉ thị này ở phần 2 trong TCVN 1272-86;
- amoni florua, dung dịch 5 %.

##### 4.5.3 Cách tiến hành

Lấy 10 ml dung dịch mẫu thử ( 4.3 ) cho vào bình nón 250 ml.

Nhỏ vài giọt metyl đỏ, thêm từng giọt amoni hidroxit cho đến khi dung dịch thử chuyển từ đỏ sang vàng. Cho tiếp 25 ml dung dịch trilon B và đun nóng đến khoảng 60 đến 70 °C. Thêm 10 ml dung dịch đệm axetat, 5 giọt chỉ thị xylenol da cam , chuẩn độ bằng dung dịch kẽm axetat cho đến khi màu dung dịch chuyển từ vàng sáng sang hồng. Tiếp tục thêm 10 ml amoni florua và đun sôi 5 phút.

Để nguội đến khoảng từ 60 đến 70 °C. Tiếp tục chuẩn độ bằng dung dịch kẽm axetat đến khi màu của dung dịch chuyển từ vàng chanh sang hồng. Ghi thể tích V của kẽm axetat tiêu tốn cho lần chuẩn độ này

##### 4.5.4 Tính kết quả

Hàm lượng nhôm oxyt, tính bằng % theo công thức:

$$X = \frac{V \cdot 0,0012745 \cdot 500 \cdot 100}{G \cdot 10}$$

Trong đó

V là thể tích dung dịch Zn ( CH<sub>3</sub>COO)<sub>2</sub> 0,025 M đã dùng chuẩn độ lần thứ 2, mililit( tương đương thể tích EDTA 0,025M đwoej giải phóng từ nhôm complexonal ) ( 0,0012745 g là khối lượng Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> tương ứng với 1 ml EDTA);

G là khối lượng mẫu, gam.

#### 4.6 Xác định hàm lượng sắt oxit

4.6.1 Phương pháp so màu bằng máy ( phương pháp trọng tài)

4.6.1.1 Nguyên tắc

Sắt ( III ) kết hợp với O- Phenantrolin tạo thành một phức màu đỏ cam hay với 2-2 dipiridin cho phức màu đỏ thẫm. Đo cường độ màu của dung dịch

4.6.1.2 Dụng cụ và thuốc thử

- máy so màu làm việc được ở vùng ánh sáng có bước sóng từ 500nm đến 540 nm.
- giấy công gô đỏ
- axit sunfuric : dung dịch ( 1 : 1 ) trong nước
- hidroxylamin hydroclorua: dung dịch 100 g/l. Chuẩn bị theo điều 2.35 TCVN 1055-86;
- O-Phenantrolin( 1-10- phenantrolin) : dung dịch 3g/l. Chuẩn bị theo điều 2.61 TCVN 1055-86
- 2,2'- dipiridin: dung dịch 0,5 % trong rượu chuẩn bị theo điều 2.27 TCVN 1055-86;
- dung dịch đệm amoni axetat: hoà tan 100 g amoni axetat vào khoảng 600 ml nước, lọc. Thêm 200 ml axit axetic băng vào dung dịch lọc. Pha đến 12lit.
- dung dịch chuẩn sắt A : hoà tan 0,702 g phèn sắt ( II ) amoni [ Fe( NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>( SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>. 6 H<sub>2</sub>O ] vào 50 ml nước có chứa 10 ml dung dịch axit sunfuric 10 %. Chuyển vào bình định mức 1000 ml và thêm nước đến vạch . Một mililit dung dịch chuẩn sắt A chứa 0,1 mg sắt ( Fe) . Dung dịch pha xong phải được đựng trong bình PE và chỉ dùng trong vòng 2 ngày.
- Dung dịch chuẩn sắt B: lấy 100 ml dung dịch chuẩn sắt A vào bình định mức 1000 ml. Thêm nước đến vạch , lắc đều. Một mililit dung dịch chuẩn sắt B chứa 0,01 miligam sắt ( Fe). Chỉ chuẩn bị trước khi dùng
- Xây dựng đường chuẩn
  - a) trong 6 bình định mức dung tích 50 ml được đánh số, lần lượt cho dung dịch chuẩn sắt B theo lượng như sau:

Bình định mức, số	Thể tích dung dịch chuẩn sắt B cho vào, ml	Hàm lượng sắt tương ứng, mg/ 50 ml
0	0,0	0,00
1	1,0	0,01
2	2,0	0,02
3	3,0	0,03
4	4,0	0,04
5	5,0	0,05

b) tiếp theo, cho vào mỗi bình các dung dịch sau:

- nước cất : 20 ml;
- hidrôylamin hydroclorua : 1 ml;
- O-Phenamtrolin hay 2,2' -dipiridin : 5 ml.

Lắc đều, thêm tiếp vào mỗi bình dung dịch amoni hidroxit để pH dung dịch trong mỗi bình chuyển về khoảng 3,5 – 4,0 ( thử bằng giấy công gô đỏ ). Lắc kỹ, sau đó thêm 5 ml dung dịch amoni axetat và thêm nước đến vạch, lắc kỹ. Để yên dung dịch 15 phút. Đo mật độ quang ở bước sóng 510 nm ( kính lọc màu xanh lục), dung dịch trong bình số 0 là dung dịch so sánh.

c) dựng đường cong chuẩn: vẽ đường cong chuẩn phụ thuộc giữa mật độ quang và hàm lượng sắt tính bằng mg/ 50 ml dung dịch.

#### 4.6.1.3 Cách tiến hành

Lấy 25 ml dung dịch mẫu thử đã chuẩn bị ở trên ( 4.3 ) cho vào bình định mức dung tích 50 ml rồi thêm 1 ml hidroxylamin hydroclorua, 5 ml dung dịch O-Phenamtrolin hay 2,2'-dipiridin. Lắc đều, thêm amoni hidroxit để pH dung dịch trong bình chuyển về khoảng từ 3,5 đến 4,0 ( thử bằng giấy công gô đỏ). Thêm nước đến vạch mức và lắc đều.

Đồng thời làm một mẫu trắng.

Sau 15 phút, đo mật độ quang của dung dịch mẫu so sánh với dung dịch trắng.

#### 4.6.2.6 Tính kết quả

Hàm lượng sắt oxit (  $Fe_2O_3$  ), tính bằng % theo công thức sau:

$$X_3 = \frac{a \cdot 100 \cdot 1,4297}{1000 \cdot G} = \frac{a \cdot 0,14297}{G}$$

Trong đó :

a là lượng sắt có trong 50 ml dung dịch mẫu ghi được theo đường cong chuẩn, mg;

G là lượng mẫu thử tương ứng thể tích lấy xác định, gam;

1,4297 là hệ số tính chuyển Fe thành  $Fe_2O_3$ .

#### 4.6.3 Phương pháp so màu bằng mắt

##### 4.6.3.1 Nguyên tắc

So sánh cường độ màu của dung dịch phức sắt ( III ) thioxianat của mẫu thử, với dung dịch chuẩn.

##### 4.6.3.2 Dụng cụ và thuốc thử

- pipet;
- cốc thủy tinh 100 ml;
- ống so màu dung tích 100 ml;
- bình định mức 500 ml;
- axit nitric theo TCVN 2297-78 : dung dịch pha loãng ( 1 : 1 );
- amoni thioxianat: dung dịch 15 %;
- dung dịch chuẩn sắt A và B chuẩn bị theo 4.6.1.2.

##### 4.6.3.3 Cách tiến hành

Lấy 10 ml dung dịch mẫu thử (điều 3.2 ) vào một ống so màu (ống số 1), thêm 1 ml dung dịch axit nitric. Đun trên bếp cách thủy sôi khoảng 5 phút. Để nguội và thêm 5 ml dung dịch amoni thioxianat vào ống. Đồng thời cho vào một ống so màu khác có cùng kích thước (ống số 2 ) lần lượt thêm:

- 10 ml nước cất;
- 1 ml dung dịch axit nitric;
- 5 ml dung dịch amoni thioxianat.

Dùng microburet cho đồng thời với lượng bằng nhau: dung dịch chuẩn sắt vào ống 2 và nước cất vào ống 1. Sau mỗi lần thêm nước hay dung dịch chuẩn sắt B , lắc đều mỗi ống và so sánh cường độ màu của hai ống trên nền trắng.

Nếu còn chênh lệch thì tiếp tục cho thêm nước và dung dịch chuẩn sắt B vào các ống tương ứng rồi so màu lại . Chú ý lắc đều mỗi khi cho thêm. Tiếp tục tiến hành cho đến khi quan sát thấy cường độ màu của dung dịch trong hai ống bằng nhau.

Ghi thể tích dung dịch chuẩn sắt đã dùng.

#### 4.6.3.4 Tính kết quả

Hàm lượng sắt oxit, tính bằng % theo công thức:

$$X_3 = \frac{V \cdot 0,01 \cdot 100 \cdot 1,4297}{1000 \cdot G} = \frac{V \cdot 0,0014297}{G}$$

Trong đó :

V là thể tích của dung dịch chuẩn sắt B đã cho vào ống số 2, mililit;

G là khối lượng mẫu tương ứng thể tích dung dịch mẫu ( 4.3 ) đã lấy, gam;

1,4297 là hệ số tính chuyển Fe thành Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

### 4.7 Xác định hàm lượng asen

4.7.1 Hàm lượng asen được xác định theo TCVN 3778-83 và thêm các nội dung sau:

- a) sử dụng dụng cụ xác định asen có các ống thủy tinh đường kính bằng 10 mm;
- b) không cần xử lý trước các mẫu thử như trong phần 2 trong TCVN 3778-83;
- c) giấy tẩm thủy ngân bromua được chuẩn bị theo điều 2.33 trong TCVN 1055-86;
- d) giấy ( hoặc bông ) tẩm chì axetat được chuẩn bị theo điều 2.24 trong TCVN 1055-86
- e) chuẩn bị thang so sánh asen tiêu chuẩn ( quy ra As) trong khoảng 0,001 mg/ml đến 0,005 mg/ml với từng nấc thay đổi 0,001 mg/ml. Có thể chuẩn bị thang dự phòng trong khoảng 0,0001 mg/ml đến 0,001 mg/ml với từng nấc thay đổi 0,0002 mg/ml;
- f) lượng dung dịch mẫu thử chuẩn bị theo điều 4.3 cần thiết cho mỗi lần phân tích là 30 ml;
- g) tiến hành xác định asen theo các mục 3.3.1 và 3.3.2 trong TCVN 3778-83 . Tiếp theo thực hiện điều 3.3.3 trong TCVN 3778-86 như sau:

Lấy 30 ml dung dịch mẫu thử ( 4.3) cho vào bình phản ứng của dụng cụ xác định asen. Lần lượt thêm:

- dung dịch axit clohidric 20 % : 20 ml;
- dung dịch thiếc ( II ) clorua 0,4 % : 5 ml;
- dung dịch kali iodua 10 % : 5 ml;

- dung dịch niken clorua : 1 ml;
- bột kẽm kim loại : 5 g.

Đóng ngay nắp bình, lắc trộn cẩn thận vài vòng rồi để yên 1 giờ ở nhiệt độ phòng, sau đó lấy giấy thấm thủy ngân bromua ra và so sánh cường độ màu tạo thành trên giấy với màu của thang chuẩn.

#### 4.7.2 Tính kết quả

Hàm lượng arsen tính bằng % theo công thức sau:

$$X_4 = \frac{1,32 \cdot a}{10 \cdot G} = \frac{0,132 a}{G}$$

trong đó

a là hàm lượng arsen tìm được trên thang chuẩn, mg/ml;

G là khối lượng mẫu tương ứng thể tích dung dịch mẫu ( 4.3 ) đã lấy, gam;

1,32 là hệ số tính chuyển As thành As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

### 4.8. Xác định hàm lượng kim loại nặng

#### 4.8.1 Nguyên tắc

So sánh cường độ màu của huyền phù hợp chất sunfua trong ống mẫu với cường độ màu của huyền phù chì sunfua trong ống chuẩn.

#### 4.8.2 Dụng cụ và thuốc thử

- ống so màu dung tích 100 ml;
- bình định mức 100 ml;
- amoni hidroxit: dung dịch 10 %. Chuẩn bị theo điều 2.6 TCVN 1055-86;
- axit axetic : dung dịch 30 %. Chuẩn bị theo điều 2.18 TCVN 1055-86;
- hidrosunfua: dung dịch bão hoà. Chuẩn bị theo điều 2.59 TCVN 1055-86;
- nước axit hoá: dùng amoni hidroxit hoặc axit axetic chỉnh pH của 2000 ml nước cất đến khoảng 3 – 4. Nước axit hoá sẽ được dùng thay nước cất trong suốt quá trình xác định kim loại nặng;
- dung dịch chuẩn chì A: chuẩn bị theo điều 2.16.2 TCVN 1056-86 để có dung dịch chứa 1 mg chì trong 1 l dung dịch
- dung dịch chuẩn chì B : cho 10 ml dung dịch chuẩn chì A vào bình định mức 100 ml, thêm nước đến vạch 100 ml, lắc kỹ. Dung dịch B chứa 0,01 mg chì / 1 ml , dung dịch B chuẩn bị phải dùng ngay trong ngày.

#### 4.8.3 Cách tiến hành

Lấy 10 ml mẫu đã chuẩn bị ở trên ( 4.3) cho vào ống so màu (ống số 1), rồi thêm khoảng 30 ml nước, lắc đều. Thêm 10 ml dung dịch hidrosunfua, lắc đều. Đồng thời trong một ống so màu khác (ống số 2) thêm lần lượt:

- 10 ml dung dịch hidrosunfua;
- 40 ml nước.

Dùng 2 microburet cho đồng thời 1 lượng bằng nhau : dung dịch chuẩn chì B vào ống 2 và nước cất vào ống 1. Sau mỗi lần thêm, lắc đều mỗi ống và so sánh cường độ màu của hai ống trên nền trắng. Tiến hành tiếp tục cho đến khi màu của hai ống bằng nhau.

Ghi thể tích dung dịch chuẩn chì B thêm vào ống 2

#### 4.8.4 Tính kết quả

Hàm lượng kim loại nặng qui ra chì, tính bằng % theo công thức sau:

$$X_5 = \frac{V \cdot 0,01 \cdot 100}{1000 \cdot G} = \frac{0,001 \cdot V}{G}$$

Trong đó

V là thể tích của dung dịch chuẩn chì B chứa 0,01 mg chì / ml đã cho vào ống so màu số 2, ml;

G là khối lượng mẫu thử, tương ứng thể tích dung dịch mẫu ( 4.3 ) lấy để xác định, g.

### **4.9 Xác định hàm lượng axit sunfuric tự do**

#### 4.9.1 Nguyên tắc

Chuẩn độ axit tự do bằng natri hidroxit với chỉ thị phenolphtalein

#### 4.9.2 Dụng cụ và thuốc thử

- bình nón dung tích 250 ml;
- axit sunfuric: dung dịch 0,1 N;
- natri hidroxit: dung dịch 0,1 N;
- natri florua : dung dịch 4 % trung tính;
- phenolphtalein: dung dịch 1 % trong cồn, chuẩn bị theo điều 2.1.36 trong TCVN 4374-86.

#### 4.9.3 Cách tiến hành

Cân khoảng 0,5 g mẫu với độ chính xác 0,001 g. Cho mẫu vào bình nón ( bình 1 ) đã chứa sẵn 20 ml đến 30 ml nước cất để hòa tan mẫu, sau đó thêm chính xác 10 ml dung dịch axit sunfuric. Đun sôi 1 phút đến 2 phút. Để nguội đến nhiệt độ phòng. Thêm 10 ml dung dịch natri florua, 3 giọt chỉ thị phenolphtalein, rồi nhanh chóng chuẩn độ bằng natri hidroxit cho đến khi xuất hiện màu hồng bên trong 1 phút.

Đồng thời tiến hành chuẩn độ một dung dịch kiểm tra trong bình khác( bình 2 ) gồm các hoá chất giống như bình 1 nhưng mẫu thử được thay bằng nước cất.

#### 4.9.4 Tính kết quả

Hàm lượng axit sunfuric tự do tính bằng % theo công thức:

$$X_6 = 49,035 \cdot \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,1 \cdot 100}{1000 G} = 0,490359 \cdot \frac{V_1 - V_2}{G}$$

trong đó

V<sub>1</sub> là thể tích dung dịch natri hidroxit tiêu tốn khi chuẩn độ dung dịch chứa mẫu thử, ml;

V<sub>2</sub> là thể tích dung dịch natri hidroxit tiêu tốn khi chuẩn độ dung dịch mẫu kiểm tra, ml;

49,0359 là đương lượng gam của axit sunfuric trong phản ứng chuẩn độ này,g;

G là khối lượng mẫu thử,g.

### **5. Ghi nhãn, bao gói, vận chuyển, bảo quản**

## **5.1 Ghi nhãn**

### **5.1.1 Vị trí**

Nhãn được ghi trực tiếp lên bao bì đựng sản phẩm hoặc in lên giấy và gắn kèm với bao bì đựng hoặc được in kèm với giấy chứng nhận chất lượng lô hàng cấp cho khách hàng.

### **5.1.2 Nội dung**

Nhãn ghi phải có các nội dung sau:

- tên sản phẩm;
- loại ( ghi hàm lượng danh nghĩa của sản phẩm );
- tên cơ sở sản xuất hay cơ sở cung cấp;
- khối lượng một đơn vị bao gói( khối lượng tịnh);
- tên tiêu chuẩn áp dụng;
- ký hiệu lô hoặc thời gian sản xuất hoặc số hiệu hợp đồng giao nhận lô hàng này.

Chú thích- có thể kết hợp nội dung ghi nhãn với nội dung ghi nhãn an toàn.

## **5.2 Bao gói**

5.2.1 Bao gói đựng sản phẩm phải chịu được môi trường axit mạnh. Bao gói chứa sản phẩm phải có khả năng giữ kín để hạn chế tối đa việc lọt khí ẩm vào bên trong bao gói suốt quá trình vận chuyển, bảo quản sản phẩm.

### **5.2.2 Các loại bao gói**

Các loại bao gói sau đây có thể được dùng tùy theo lượng sản phẩm đựng bên trong:

- a) túi làm bằng giấy craft nhiều lớp màng mỏng PE hay PP: cho phép đựng sản phẩm với khối lượng không qua 25 kg;
- b) túi dệt từ sợi tổng hợp và có lớp màng chống ẩm bên trong: cho phép đựng sản phẩm với khối lượng không quá 50 kg;
- c) thùng nhựa cứng hoặc kim loại có lót lớp phủ chịu axit: cho phép đựng sản phẩm với khối lượng không quá 250 kg.

## **5.3 Vận chuyển**

Sản phẩm đựng trong bao gói có thể được vận chuyển bằng phương tiện vận tải thông dụng. Khi vận chuyển sản phẩm phải được chở riêng biệt hay phải cách ly tốt với hàng hoá khác.

## **5.4 Bảo quản**

5.4.1 Sản phẩm phải được bảo quản nơi khô, mát, thoáng gió, được che mưa nắng.

5.4.2 Sản phẩm chỉ được xếp chồng lên nhau không quá 40 lớp và phải được cách ly với nền kho

5.4.3 Nền nhà nơi bảo quản nên làm bằng hay được phủ vật liệu chịu axit

## **6. Quy tắc an toàn khi làm việc với nhôm sunfat**

### **6.1 Nhãn cảnh báo**

Trên các bao gói đựng sản phẩm dạng bột, phải dán nhãn cảnh báo với nội dung sau:

- a) biểu trưng cho loại hoá chất ăn mòn: loại số 5, phụ lục IV của tiêu chuẩn TCVN 5507-1001.
- b) Các dòng chữ cảnh báo nằm trong khung viền đen và ghi rõ:

**NHÔM SUNFAT**  
**HOÁ CHẤT HẠI DA**  
Tránh để bám vào da và mắt  
Tránh hít bụi mù bốc lên

### ***6.2 Trang bị bảo hộ các nhân***

Khi làm việc với nhôm sunfat, phải sử dụng:

- găng tay cao su;
- quần áo bảo hộ;
- khăn quàng cổ;
- mũ trùm đầu;
- ủng chịu axit;
- kính bảo vệ mắt;
- khẩu trang ẩm.