

CÔNG TY CỔ PHẦN HÓA CHẤT VIỆT TRÌ

Địa chỉ : Phố Sông Thao, phường Thọ Sơn, thành phố Việt Trì, tỉnh Phú Thọ

Điện thoại: 0210. 3911 696

Fax.: 0210. 3911 512



VITRICHEM

TIÊU CHUẨN CƠ SỞ

TCCS 02-1:2021/HCVT

AXIT CLOHIDRIC BẬC PHÂN TÍCH

Hydrochloric Acid - Analytical Reagent

Việt Trì, ngày 19 tháng 10 năm 2021

TỔNG GIÁM ĐỐC 



Văn Đình Hoan

Số: 2057/QĐ-HCVT

Việt Trì, ngày 19 tháng 10 năm 2021

QUYẾT ĐỊNH

Về việc Ban hành tiêu chuẩn cơ sở Axit clohidric bậc phân tích

TỔNG GIÁM ĐỐC CÔNG TY CỔ PHẦN HÓA CHẤT VIỆT TRÌ

Căn cứ Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật số: 68/2006/QH11 ngày 12 tháng 7 năm 2006;

Căn cứ Luật Chất lượng sản phẩm, hàng hóa số: 30/VBHN-VPQH ngày 10 tháng 12 năm 2018;

Căn cứ Nghị định số: 127/2007/NĐ-CP ngày 01 tháng 8 năm 2007 và Nghị định số: 78/2018/NĐ-CP ngày 16 tháng 05 năm 2018 quy định chi tiết thi hành một số điều của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật;

Căn cứ Thông tư số: 08/VBHN-BKHCN ngày 27 tháng 02 năm 2015 của Bộ Khoa học và Công nghệ hướng dẫn xây dựng và áp dụng tiêu chuẩn;

Căn cứ khả năng sản xuất và chất lượng sản phẩm của Công ty.

QUYẾT ĐỊNH:

Điều 1. Ban hành tiêu chuẩn cơ sở: TCCS 02-1:2021/HCVT, áp dụng cho sản phẩm: Axit clohidric bậc phân tích được sản xuất tại Công ty Cổ phần Hoá chất Việt Trì.

Điều 2. Quyết định này có hiệu lực kể từ ngày ký.

Điều 3. Các đơn vị liên quan căn cứ Quyết định thực hiện./

Nơi nhận:

- Như Điều 3;
- Lưu: VT, KT.

TỔNG GIÁM ĐỐC



Văn Đình Hoan

CỘNG HÒA XÃ HỘI CHỦ NGHĨA VIỆT NAM
Độc lập - Tự do - Hạnh phúc

CÔNG BỐ TIÊU CHUẨN CƠ SỞ
TCCS 02-1:2021/HCVT

Tên doanh nghiệp: Công ty Cổ phần Hóa chất Việt Trì

Địa chỉ: Phố Sông Thao, phường Thọ Sơn, thành phố Việt Trì, tỉnh Phú Thọ

Điện thoại: 0210.3911698

Fax: 0210.3911512

Website: <http://www.vitrichem.vn>

Email: info@vitrichem.vn

CÔNG BỐ:

Tên tiêu chuẩn: TCCS 02-1:2021/HCVT.

Áp dụng cho sản phẩm, hàng hóa: Axit clohidric bậc phân tích được sản xuất tại Công ty Cổ phần Hoá chất Việt Trì.

Công ty cam kết sản xuất, kinh doanh sản phẩm, hàng hóa theo đúng tiêu chuẩn công bố nêu trên.

Việt Trì, ngày 19 tháng 10 năm 2021

TỔNG GIÁM ĐỐC



Văn Đình Hoan

MỤC LỤC

LỜI NÓI ĐẦU	3
1. Phạm vi áp dụng.....	4
2. Tiêu chuẩn trích dẫn.....	4
3. Yêu cầu kỹ thuật	4
4. Phương pháp thử	5
4.1. Quy định chung	5
4.2. Xác định độ màu	5
4.3. Xác định hàm lượng HCl	5
4.4. Xác định cặn sau nung (dưới dạng sunfat).....	6
4.5. Xác định hàm lượng clo tự do.....	7
4.6. Xác định hàm lượng sunfat (SO_4).....	7
4.7. Xác định hàm lượng sunfit (SO_3).....	8
4.8. Xác định hàm lượng sắt (Fe).....	8
4.9. Xác định hàm lượng các kim loại nặng	10
4.10. Xác định hàm lượng Asen (As)	10
5. Ghi nhãn, bao gói, vận chuyển và bảo quản, tồn trữ	10
5.1. Ghi nhãn	10
5.2. Bao gói	11
5.3. Vận chuyển.....	11
5.4. Bảo quản, tồn trữ.....	11
6. Quy tắc an toàn	11

LỜI NÓI ĐẦU

TCCS 02-1:2021/HCVT.

Cơ quan biên soạn và ban hành: Công ty Cổ phần Hóa chất Việt Trì theo Quyết định số: *2057*/QĐ-HCVT, ngày 09 tháng 8 năm 2021 của Tổng Giám đốc Công ty Cổ phần Hóa chất Việt Trì.

Axit clohidric bậc phân tích (AR)**1. Phạm vi áp dụng**

Tiêu chuẩn này áp dụng cho sản phẩm Axit clohidric bậc phân tích dạng lỏng, được sản xuất tại Công ty Cổ phần Hoá chất Việt Trì.

Công thức phân tử: HCl

Khối lượng phân tử: 36,46

2. Tiêu chuẩn trích dẫn

TCVN 1694:1975	Sản phẩm hoá học - Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu
TCVN 4851:1989	Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm
TCVN 1058:1978	Hoá chất - Phân nhóm và ký hiệu mức độ tinh khiết
TCVN 4374:1986	Thuốc thử - Phương pháp chuẩn bị dung dịch chỉ thị
TCVN 1055:1986	Thuốc thử - Phương pháp chuẩn bị các thuốc thử dung dịch và hỗn hợp dùng trong phân tích
TCVN 5507:2002	Hoá chất nguy hiểm - Quy phạm an toàn trong sản xuất, sử dụng, bảo quản và vận chuyển
TCVN 1556 : 1997	Axit clohidric kỹ thuật
IS 265:2021	Tiêu chuẩn Ấn Độ - Thông số kỹ thuật Axit clohidric
GB/T622:2006	Tiêu chuẩn Trung Quốc - Thuốc thử hoá học Axit clohidric

3. Yêu cầu kỹ thuật

Bảng I - Chỉ tiêu chất lượng của sản phẩm Axit clohidric bậc phân tích

TT	Tên chỉ tiêu	Đơn vị	Yêu cầu kỹ thuật
1	HCl	%	36,0 ÷ 38,0
2	Độ màu	Hazen	≤ 10
3	Cặn sau nung (dưới dạng sunfat)	%	≤ 0,0005
4	Cl tự do	%	≤ 0,0001
5	SO ₄	%	≤ 0,0002
6	SO ₃	%	≤ 0,0002
7	Fe	%	≤ 0,00005
8	Cu	%	≤ 0,00001
9	As	%	≤ 0,000005
10	Sn	%	≤ 0,0002
11	Pb	%	≤ 0,00002

4. Phương pháp thử

4.1. Quy định chung

4.1.1 Nước và thuốc thử

- Nước dùng để phân tích là nước cất 1 lần và tuân theo các qui định trong TCVN 4851:1989.

- Thuốc thử là loại tinh khiết phân tích và được chuẩn bị theo HCVT.HD.04.

- Các phép thử phải tiến hành song song trên 2 mẫu.

4.1.2 Lấy mẫu

- Mẫu được lấy đại diện cho lô sản xuất trước khi đóng chai sản phẩm;
- Lượng mẫu lấy 5 lần riêng lẻ, mỗi lần khoảng 200 ml sau đó trộn đều và chia làm hai phần, một phần đem phân tích chất lượng, một phần làm mẫu lưu;

- Mẫu lưu được chứa trong chai thủy tinh khô, sạch và có nắp kín và được niêm phong, trên tờ niêm phong ghi rõ:

+ Tên mẫu;

+ Ký hiệu lô hàng;

+ Thời gian lấy mẫu;

+ Nhân viên phân tích.

- Thời gian lưu mẫu: Ít nhất 5 ngày sau khi xuất hàng.

4.2. Xác định độ màu

Sử dụng máy quang phổ UV-Vis để xác định độ màu ở bước sóng 465 nm (phương pháp đo màu Pt-Co)

4.3. Xác định hàm lượng HCl

4.3.1. Nguyên tắc

Chuẩn độ axit clohidric bằng dung dịch natri hidroxit tiêu chuẩn theo chỉ thị metyl da cam.

4.3.2. Thuốc thử

- Dung dịch Natri hidroxit tiêu chuẩn (NaOH) 0,5N;

- Dung dịch Natri hidroxit tiêu chuẩn (NaOH) 0,1N;

- Chỉ thị metyl da cam, dung dịch 0,1%;

- Nước cất không chứa oxy hòa tan.

4.3.3. Cách tiến hành

Cho 15 ml nước vào một bình nón nút mài dung tích 250 ml, đập nút và cân với độ chính xác đến 0,001 g. Nhanh chóng cho khoảng 1,5 g axit cần thử vào bình

nón đỏ, đập nút và cân lại với độ chính xác như trên. Sau đó lắc cẩn thận thêm 2 giọt metyl da cam và chuẩn độ bằng dung dịch natri hidroxit NaOH 0,5N cho đến khi dung dịch chuyển từ màu hồng sang màu vàng da cam. Xác định gần đúng lượng natri hidroxit NaOH 0,5N chuẩn độ.

Trong một bình nón tương tự, tiến hành chuẩn độ bằng dung dịch natri hidroxit NaOH 0,5N đến khi lượng natri hidroxit NaOH 0,5N để chuẩn độ nhỏ hơn 0,5 ml đến 1ml so với lần chuẩn độ trước thì dừng lại, ghi thể tích (V_1), chuẩn độ tiếp bằng dung dịch natri hidroxit NaOH 0,1N đến khi dung dịch chuyển từ chuyển từ màu hồng sang vàng da cam, ghi thể tích (V_2).

4.3.4. Tính kết quả

Hàm lượng HCl tính bằng % khối lượng theo công thức:

$$X_1 = \frac{1,825 \times (V_1 + 1/5V_2)}{G}$$

Trong đó:

V_1 : Thể tích dung dịch NaOH 0,5N tiêu tốn khi chuẩn độ, ml;

V_2 : Thể tích dung dịch NaOH 0,1N tiêu tốn khi chuẩn độ, ml;

G: Khối lượng của mẫu thử, g.

4.4. Xác định cặn sau nung (dưới dạng sunfat)

4.4.1. Nguyên tắc

Làm bay hơi một lượng axit đã biết, làm khô và cân phần còn lại.

4.4.2. Thuốc thử

Dung dịch axit sulfuric (H_2SO_4) đậm đặc

4.4.3. Cách tiến hành

Chén bạch kim hoặc chén thủy tinh thạch anh nung trong lò ở nhiệt độ 800°C trong 10 phút. Lấy ra để nguội trong bình hút ẩm tới nhiệt độ phòng. Cân khối lượng chén. Lấy khoảng 100 ml mẫu cho vào chén và cân lại để xác định khối lượng mẫu với độ chính xác đến 0,001 g. Thêm 1 ml axit sunfuric đậm đặc vào chén, đun trên bếp cách cát cho đến khô. Sau đó cho vào lò nung ở 800°C trong 15 phút. Lấy chén ra và để nguội trong bình hút ẩm và cân lại để xác định cặn còn lại trong chén. Lặp lại việc đun nóng, làm nguội và cân đến khối lượng không đổi.

4.4.4. Tính kết quả

Cặn còn lại sau khi nung tính bằng % khối lượng theo công thức:

$$X_2 = \frac{M \times 100}{G}$$

Trong đó:

M: Khối lượng của cặn còn lại trong chén, g;

G: Khối lượng của mẫu thử, g.

4.5. Xác định hàm lượng clo tự do

4.5.1. Nguyên tắc

Chuẩn độ iot tạo thành khi cho dung dịch kali iodua vào dung dịch mẫu.

4.5.2. Thuốc thử

- Dung dịch natri thiosunfat tiêu chuẩn ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) 0,005N;
- Dung dịch kali iodua (KI) 5%;
- Dung dịch chỉ thị hồ tinh bột 0,5%;
- Nước cất không chứa oxy hòa tan.

4.5.3. Cách tiến hành

Cân khoảng 50 g mẫu với độ chính xác 0,001 g vào bình nón có nút mài 250 ml đã chứa sẵn 100 ml nước cất, thêm 10 ml dung dịch kali iodua, đậy nút và lắc đều, để yên bình trong bóng tối. Sau khoảng 2 phút, chuẩn độ lượng iốt được giải phóng ra bằng dung dịch natri thiosunfat cho đến màu vàng rom, thêm 1 ml dung dịch chỉ thị hồ tinh bột và tiếp tục chuẩn cho đến khi dung dịch mất màu xanh.

Đồng thời trong một bình nón khác tiến hành chuẩn độ dung dịch kiểm tra (đối chứng) gồm: 100 ml nước, 10 ml dung dịch kali iodua và làm tương tự.

4.5.4. Tính kết quả

Hàm lượng clo tự do được tính bằng % khối lượng theo công thức:

$$X_3 = \frac{0,0355 \times 0,005 \times (V_1 - V_2)}{G}$$

Trong đó:

V_1 : Thể tích dung dịch $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,005N tiêu tốn khi chuẩn độ dung dịch chứa mẫu thử, ml;

V_2 : Thể tích dung dịch $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,005N tiêu tốn khi chuẩn độ dung dịch kiểm tra, ml;

G: Khối lượng của mẫu thử, g.

4.6. Xác định hàm lượng sunfat (SO_4)

4.6.1. Nguyên tắc

Sunfat trong axit được kết tủa dưới dạng bari sunphat, được làm khô và cân.

4.6.2. Thuốc thử

- Natri cacbonat 50 g/l - thuốc thử phân tích;
- Axit clohydric ~ 1N, không chứa sunphat;
- Dung dịch bari clorua ~ 10 % (m/v);
- Dung dịch sunphat chuẩn: Hòa tan 0,178 g kali sunfat vào nước, định mức đến 1000 ml. Lấy 100ml dung dịch pha loãng đến 1000 ml trong bình chia độ. Một ml dung dịch pha loãng chứa 0,01 mg sunfat (dưới dạng H₂SO₄).

4.6.3. Cách tiến hành

Cân khoảng 20 g mẫu, chính xác đến 0,01 g cho vào đĩa sứ, thêm 20 mg natri cacbonat và chung cách thủy đến khô. Phần cặn hòa tan trong 5 ml nước và 0,5 ml axit clohydric (20%). Lọc, rửa bằng nước cho đến 10 ml và thêm 1 ml dung dịch bari clorua. Tiến hành thử nghiệm đối chứng theo cách tương tự, sử dụng 4 ml dung dịch sunphat chuẩn thay cho mẫu thử. Khuấy hai dung dịch và so sánh độ đục tạo ra.

Giới hạn quy định trong Bảng I phải được coi là không bị vượt quá nếu độ đục tạo ra từ mẫu thử không lớn hơn độ đục tạo ra trong phép thử đối chứng.

4.7. Xác định hàm lượng sunfit (SO₃)

4.7.1. Nguyên tắc

Mẫu thử được phản ứng với dung dịch iốt tiêu chuẩn và ước lượng iốt theo phương pháp đo.

4.7.2. Thuốc thử

- Dung dịch kali iốt (KI) 10 % (m/v);
- Dung dịch iốt tiêu chuẩn (I₂) 0,01 N;
- Dung dịch chỉ thị hồ tinh bột 0,5%;
- Nước cất không chứa oxy hòa tan.

4.7.3. Cách tiến hành

Cho vào 400 ml nước cất vào bình nón có nút mài, thêm 1,5 ml dung dịch kali iốt, 5 ml axit clohydric và 2 ml dung dịch hồ tinh bột rồi chuẩn độ bằng dung dịch iot 0,01 N đến màu xanh lam nhạt. Thêm 100 g mẫu thử và chuẩn độ bằng dung dịch iot 0,01 N đến cùng điểm cuối.

Giới hạn quy định trong Bảng I phải được coi là không bị vượt quá nếu không cần quá 0,25 ml iốt 0,01 N dùng để chuẩn độ.

4.8. Xác định hàm lượng sắt (Fe)

4.8.1. Nguyên tắc

Sắt được khử về ion Fe^{+2} và xác định bằng phương pháp trắc quang sử dụng thuốc thử 1,10 – phenantrolin (O – phenantrolin)

4.8.2. Dụng cụ và thuốc thử

- Máy quang phổ hấp thụ phân tử khả kiến UV-VIS có thể làm việc ở vùng ánh sáng có bước sóng từ 500 đến 540 nm;
- Máy đo pH;
- Bình định mức 100ml;
- Dung dịch natri hydroxit (NaOH) 30%;
- Dung dịch axit nitric (HNO_3) 1:1;
- Dung dịch đệm axetat amoni: hoà tan 250 g CH_3COONH_4 vào khoảng 150 ml nước. Thêm 700 ml axit axetic băng;
- Dung dịch hydroxylamin ($NH_2OH.HCl$) 10%;
- Dung dịch 1,10-phenantrolin ($C_{12}H_9ClN_2.H_2O$) 0,5%;
- Dung dịch sắt chuẩn 100 mg/l;
- Dung dịch sắt chuẩn 5 mg/l: Pha từ dung dịch sắt chuẩn 100 mg/l;
- Nước cất không chứa oxy hòa tan.

4.8.3. Cách tiến hành

❖ Xây dựng đường cong chuẩn

Trước khi phân tích mẫu, cần thiết lập đường chuẩn.

Chuẩn bị dung dịch sắt chuẩn bằng cách cho một thể tích chính xác đã biết dung dịch sắt chuẩn 5 mg/l vào các bình định mức 25 ml, thêm 0,5 ml hydroxylamin 10%, 2,5 ml dung dịch đệm axetat amoni, 0,5 ml dung dịch 1,10-phenantrolin 0,5% sau đó định mức tới vạch.

Bảng dung dịch sắt chuẩn 0,15 ÷ 1 mg/l

STT	1	2	3	4	5	6	7
Fe^{+2} chuẩn 5 mg/l (ml)	0	0,75	1,0	2,0	3,0	4,0	5,0
C (mg/l)	0	0,15	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0

Sau 15 phút, đo mật độ quang của các dung dịch mẫu so sánh với dung dịch trắng ở bước sóng 510 nm bằng máy quang phổ UV-Vis, lập đường cong chuẩn. Độ hấp thụ của các chất chuẩn được đo ở bước sóng 510 nm phải trùng với độ hấp thụ của mẫu.

❖ Xác định hàm lượng sắt có trong mẫu

Hút chính xác 10 ml mẫu cho vào bình định mức 100 ml. Điều chỉnh pH từ 2,9 ÷ 3,5 bằng natri hydroxit NaOH 30% hoặc HNO_3 1:1 (đo bằng máy đo pH), thêm 0,5 ml

hydroxylamin 10%, 2,5 ml dung dịch đệm axetat amoni, 0,5 ml dung dịch 1,10-phenantrolin 0,5% sau đó định mức tới vạch, lắc đều.

Đồng thời chuẩn bị một dung dịch trắng (không có dung dịch mẫu thử) tương tự, thay 10 ml mẫu bằng 10 ml nước cất.

Sau 15 phút, đo mật độ quang của dung dịch mẫu so sánh với dung dịch trắng ở bước sóng 510 nm. Dựa vào đường chuẩn đã được thiết lập sẵn trên máy đọc kết quả đo được.

4.8.4. Tính kết quả

Hàm lượng sắt (Fe) được tính bằng % khối lượng theo công thức:

$$Fe = \frac{\text{Kết quả đo được}}{10000 \times d}$$

Trong đó:

d: Tỷ trọng dung dịch.

4.9. Xác định hàm lượng các kim loại nặng

Hàm lượng các kim loại nặng: Cu, Sn, Pb được xác định bằng phương pháp phổ phát xạ quang/plasma cặp cảm ứng (ICP/OES)/ phương pháp phổ khối/plasma cặp cảm ứng (ICP/MS)/ phương pháp phổ hấp thụ nguyên tử (AAS) hoặc phương pháp phổ huỳnh quang nguyên tử (SFA) hoặc dùng kết quả của cơ quan trọng tài Nhà nước Việt Nam.

4.10. Xác định hàm lượng Asen (As)

Hàm lượng As được xác định bằng phương pháp phổ hấp thụ nguyên tử theo TCVN 6626:2000 hoặc dùng kết quả của cơ quan trọng tài Nhà nước Việt Nam.

5. Ghi nhãn, bao gói, vận chuyển và bảo quản, tồn trữ

5.1. Ghi nhãn

Nhãn hàng hóa được in trực tiếp lên bao bì đóng gói sẵn, thực hiện theo Nghị định số 43/2017/NĐ-CP và các quy định pháp luật liên quan (Thông tư 05/2019/TT-BKHCHN ngày 26/6/2019 quy định chi tiết thi hành một số điều của Nghị định 43/2017/NĐ-CP về nhãn hàng hóa).

Nhãn hàng hóa hoặc tài liệu kèm theo phải có các nội dung sau đây:

- Tên hàng hóa;
- Tiêu chuẩn áp dụng;
- Tên và địa chỉ của nhà sản xuất;
- Định lượng;

- Ngày sản xuất;
- Hạn sử dụng;
- Thành phần hoặc thành phần định lượng;
- Mã nhận dạng hóa chất (nếu có);
- Hình đồ cảnh báo, từ cảnh báo, cảnh báo nguy cơ (nếu có);
- Biện pháp phòng ngừa (nếu có);
- Hướng dẫn sử dụng, hướng dẫn bảo quản.

5.2. Bao gói

- Bao bì chứa sản phẩm phải làm từ vật liệu chịu được môi trường axit mạnh như: PVC, composite, PE, PTFE, thủy tinh, sành, gốm, sứ;
- Nắp đậy bao bì chứa axit clohidric phải kín không cho axit rò rỉ hay bay hơi ra ngoài trong quá trình vận chuyển và bảo quản;
- Trước khi chứa axit clohidric, bao bì phải cọ rửa thật sạch tránh để lẫn các loại hoá chất khác.

5.3. Vận chuyển

- Có thể vận chuyển axit clohidric bằng phương tiện ô tô, tàu hoả nhưng không được vận chuyển chung với các chất oxy hoá, đặc biệt là hợp chất clorat và axit nitric;
- Trên đường vận chuyển, chủ phương tiện không đỗ, dừng ở nơi công cộng, đông người;
- Kèm hồ sơ liên quan theo các quy định pháp luật hiện hành.

5.4. Bảo quản, tồn trữ

- Sản phẩm phải được bảo quản, tồn trữ tại nơi khô, mát, thoáng gió, được che mưa, nắng và tránh xa các vật chuyển động như cần cẩu, vận thăng ... có nguy cơ rơi xuống nơi để axit;
- Nền nhà nơi bảo quản, tồn trữ phải được làm hay được phủ bằng vật liệu chịu axit;
- Không bảo quản, tồn trữ axit chung một nơi với các chất oxy hoá hay các chất dễ cháy khác;
- Cần có các biện pháp để tránh nguy cơ gây đổ vỡ, rò rỉ axit ra ngoài;
- Thời hạn bảo quản: 3 năm kể từ ngày sản xuất.

6. Quy tắc an toàn

- Có phiếu an toàn hóa chất kèm theo;
- Cảnh báo an toàn: Trên bao bì đựng axit clohidric phải dán nhãn cảnh báo biểu trưng nguy hiểm và báo hiệu nguy hiểm theo TCVN 5507-2002;
- Khi sử dụng axit clohidric phải dùng mặt nạ phòng độc, găng tay bảo hộ lao động,... và phải tuân theo các quy định trong TCVN 5507 - 2002./.

