



CỘNG HÒA XÃ HỘI CHỦ NGHĨA VIỆT NAM

TIÊU CHUẨN NHÀ NƯỚC

CHẤT CHỈ THỊ FENOLFTALEIN

TCVN 2612 — 78

Cơ quan biên soạn :

Viện Hóa Công nghiệp
Tổng cục Hóa chất.

Cơ quan đề nghị ban hành :

Tổng cục Hóa chất

Cơ quan trình duyệt :

Cục Tiêu chuẩn
Ủy ban Khoa học và Kỹ thuật Nhà nước.

Cơ quan xét duyệt và ban hành :

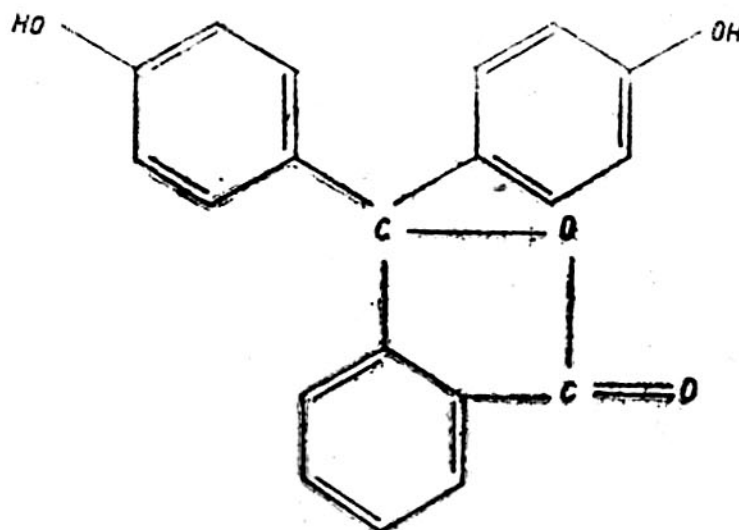
Ủy ban Khoa học và Kỹ thuật Nhà nước.

Quyết định ban hành số : 573 KHKT/QĐ ngày 30 tháng 12 năm 1978.

CHẤT CHỈ THỊ Fenolftalein		TCVN 2612 - 78
Индикатор Фенолфталеин	Indicator Phenolphthalein	Có hiệu lực từ 01-07-1979

Tiêu chuẩn này áp dụng cho chất chỉ thị fenolftalein, chỉ thị là một loại bột màu trắng hoặc vàng nhạt, tan được trong rượu etylic, không tan trong nước.

Công thức cấu tạo :



Công thức phân tử: $C_{20}H_{14}O_4$

Khối lượng phân tử: 318,33 (tính theo khối lượng nguyên tử quốc tế năm 1969).

QUY ĐỊNH CHUNG

1. Các thuốc thử hóa chất dùng trong khi tiến hành phân tích phải là thuốc thử loại tinh khiết hóa học (TKHH) hoặc loại tinh khiết phân tích (TKPT).

2. Nước cất dùng trong khi phân tích phải theo TCVN 2117-77.

3. Các phép xác định phải tiến hành song song trên hai mẫu thử.

1. YÊU CẦU KỸ THUẬT

1.1. Các chỉ tiêu hóa lý của chất chỉ thị fenolftalein phải tương ứng với yêu cầu và mức nêu trong bảng.

Tên các chỉ tiêu	Mức hay yêu cầu
1. Nhiệt độ nóng chảy, tính bằng °C	259 ÷ 261
2. Khoảng chuyển màu theo pH	8,2 ÷ 10,0
3. Độ tan trong rượu etylic	Thử theo mục 2.3
4. Màu của dung dịch trong rượu etylic	Thử theo mục 2.4.
5. Độ tan trong kiềm (NaOH)	Thử theo mục 2.5.
6. Độ ẩm, (%), không vượt quá	0,5
7. Cặn còn lại sau khi nung, (%), không vượt quá	0,05
8. Hàm lượng Clo (Cl), (%), không vượt quá	0,002

2. PHƯƠNG PHÁP THỬ

2.1. Xác định nhiệt độ nóng chảy

2.1.1. Thuốc thử và dụng cụ

Axit sunfuric (H₂SO₄): d = 1,830 - 1,835

Dụng cụ xác định nhiệt độ nóng chảy (xem hình vẽ) gồm:

1 - bình đáy tròn dung tích 80 - 100 ml; cổ dài 200 mm; đường kính 30 mm (trong bình chứa một lượng axit sunfuric (H₂SO₄) sao cho khi đun đến nhiệt độ nóng chảy của mẫu, thể tích axit sunfuric (H₂SO₄) chiếm 2/3 chiều cao đến cổ bình).

2 - ống thủy tinh (đường kính 15 mm) chứa axit sunfuric (H₂SO₄) cao 40 mm;

3 - nhiệt kế;

- 4 — ống mao quản để đựng mẫu ;
5 — nút cao su.

2.1.2. Tiến hành thử

Gắn ống mao quản đựng một lớp mẫu (cao 2 — 3 mm, đã nghiền và để trong bình chống ẩm) vào nhiệt kế sao cho lớp mẫu ngang giữa bầu thủy ngân của nhiệt kế. Đun axit sunfuric (H_2SO_4) trong bình đến $240^{\circ}C$, sau đó cho ống thủy tinh đựng nhiệt kế có gắn ống mao quản vào bình sao cho đầu nhiệt kế cách đáy bình 8 — 10 mm và dần dần tăng nhiệt độ ($1^{\circ}C$ trong một phút).

Điểm bắt đầu nóng chảy là khi xuất hiện mặt khum trong ống mao quản và điểm cuối — khi mẫu nóng chảy hoàn toàn.

Điểm nóng chảy hoàn toàn được xem là nhiệt độ nóng chảy của mẫu thử.

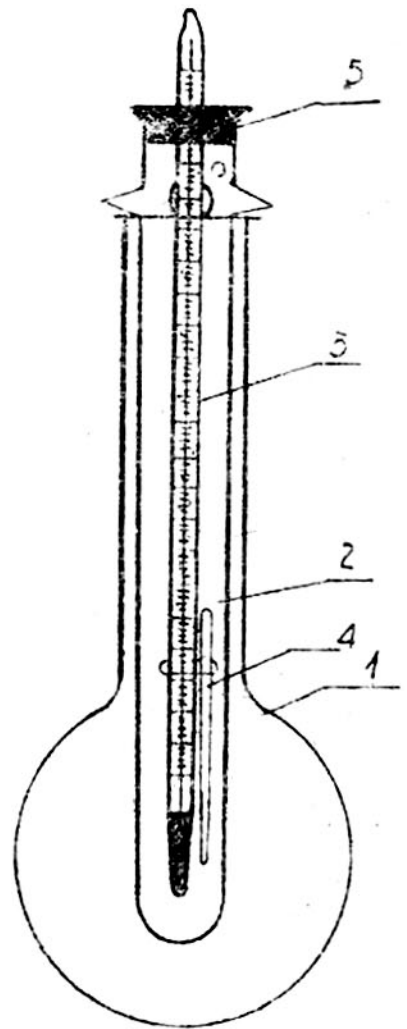
2.2 Xác định khoảng chuyển màu theo pH

2.2.1. Thuốc thử

Dung dịch axit clohydric HCl 0.1 N chuẩn bị theo TCVN 1057 — 71 ;

Dung dịch natrihydroxit NaOH 0.1 N chuẩn bị theo TCVN 1057 — 71 ;

Dung dịch đệm borat 0.05 M có pH từ 8 đến 10,4 pha chế theo bảng sau đây (theo TCVN 1057 — 71)



Sơ đồ dụng cụ xác định nhiệt độ nóng chảy

pH	Dung dịch borat 0,05 M (ml)	Dung dịch axit clohydric 0.1N (ml)	Dung dịch natri hydroxit 0.1N (ml)
8,0	5,6	4,1	
8,2	6,0	4,0	
8,8	7,5	2,5	
9,6	7,4		2,6
10,0	6,0		4,0
10,4	5,4		4,6

2.2.2. Tiến hành thử

Lần lượt đổ các dung dịch đậm đã pha chế theo bảng vào các ống thủy tinh so màu trong suốt, đáy bằng. Cho vào mỗi ống 0,2 ml dung dịch mẫu 0,1 % (0,1 g mẫu hòa tan trong 100 ml rượu etylic 96 %).

Mẫu đạt tiêu chuẩn nếu:

Ống đựng dung dịch pH — 8 không có màu;

Dung dịch pH — 8,2 có màu hồng nhạt;

Dung dịch pH — 8,8 — 9,6 màu hồng, đậm dần lên rõ rệt;

Cường độ màu của dung dịch pH — 10 đạt cực đại;

Màu của dung dịch có pH — 10,4 so với màu của dung dịch có pH — 10 phải không thay đổi.

2.3. Xác định độ tan trong rượu etylic

2.3.1. Thuốc thử và dụng cụ

Rượu etylic: 96 %;

Bình nón dung tích 50 ml.

2.3.2. Tiến hành thử

Cân 1 g mẫu (chính xác đến 0,01 g) vào bình nón. Cho vào 15 ml rượu etylic 96 % và hòa tan.

Mẫu đạt tiêu chuẩn nếu dung dịch trong và không chứa cặn còn lại.

2.4. Xác định màu của dung dịch trong rượu etylic

2.4.1. Thuốc thử và dụng cụ

Bình nón dung tích 250 ml;

Rượu etylic 96 %.

2.4.2. Tiến hành thử

Cân 1 g mẫu (chính xác đến 0,01 g) vào bình. Cho thêm vào 100 ml rượu etylic và lắc cho tan.

Mẫu đạt tiêu chuẩn nếu dung dịch không màu hoặc có màu vàng nhạt.

2.5. Xác định độ tan trong kiềm (NaOH).

Cân 1 g mẫu (chính xác đến 0,01 g) cho vào bình nón dung tích 250 ml, cho vào 100 ml dung dịch natri hydroxit (0,1N) và hòa tan.

Mẫu đạt tiêu chuẩn nếu dung dịch trong và không chứa cặn còn lại.

2.6. Xác định độ ẩm

Cân 1 g mẫu (chính xác đến 0,01 g) vào chén đã sấy đến khối lượng không đổi và cân với độ chính xác là 0,0002 g, sấy mẫu ở nhiệt độ 105 – 110°C đến khối lượng không đổi.

Độ ẩm (X) tính bằng phần trăm theo công thức:

$$X = \frac{G_1 - G}{G_1} \cdot 100,$$

trong đó: G_1 — khối lượng mẫu trước khi sấy, tính bằng gam;

G — khối lượng mẫu sau khi sấy, tính bằng gam.

2.7. Xác định cặn còn lại sau khi nung

Cân 2 g mẫu (chính xác đến 0,01 g), cho vào chén sứ đã nung đến khối lượng không đổi và cân chính xác đến 0,0002 g. Đun mẫu trên bếp cách cát đến khi chất pha chế bay hơi hết. Để nguội chén. Dùng 1 ml axit sunfuric (H_2SO_4) để thấm ướt phần cặn còn lại trong chén, sau đó lại đun cẩn thận trên bếp cách cát đến khi bay hết khói trắng. Nung chén chứa cặn ở nhiệt độ 600 – 700°C đến khối lượng không đổi.

Mẫu đạt tiêu chuẩn nếu khối lượng cặn còn lại sau khi nung không lớn hơn 1 mg.

2.8. Xác định hàm lượng clo

2.8.1. Thuốc thử

Axeton chuẩn bị theo TCVN 1056 – 71;

Axit nitric $d = 1,147$ chuẩn bị theo TCVN 1056 – 71;

Dung dịch bạc nitrat ($AgNO_3$) 0,1 N chuẩn bị theo TCVN 1056 – 71;

Dung dịch A chứa 1 mg clo trong 1 ml dung dịch axeton chuẩn bị theo TCVN 1056 – 71.

Pha loãng dung dịch A 100 lần được dung dịch B chứa 0,01 mg clo trong 1 ml dung dịch.

2.8.2. Tiến hành phân tích

Cân 1 g mẫu (chính xác đến 0,01 g) vào ống thủy tinh trong suốt đáy bằng. Cho 25 ml axeton và hòa tan mẫu, cho thêm 0,2 ml axit nitric ($d = 1,147$) và 1 ml dung dịch bạc nitrat $AgNO_3$ 0,1 N.

Cho vào một ống thủy tinh khác cùng kích thước và độ dày 2 ml dung dịch B và các thuốc thử tương tự ta được dung dịch so sánh.

Mẫu đạt tiêu chuẩn nếu độ đục của dung dịch mẫu không lớn hơn độ đục của dung dịch so sánh.

3. BAO GÓI VÀ GHI NHÃN

3.1. Bao gói

Chất chỉ thị fenolftalein được đóng gói trong chai thủy tinh hoặc chai nhựa có hai lần nút.

Khối lượng không bì của fenolftalein không lớn hơn

$$5 \div 10 g$$

$$50 \div 100 g$$

3.2. Ghi nhãn

Trên các chai đựng fenolftalein cần dán nhãn, trên nhãn cần ghi rõ:

Cơ quan chủ quản của cơ sở sản xuất;

Tên cơ sở hoặc xí nghiệp sản xuất;

Tên gọi thuốc thử và công thức hóa học;

Các chỉ tiêu và phân loại sản phẩm (TKHH, TKPT, TK);

Khối lượng không bì;

Số lô hàng;

Thời gian xuất xưởng.