

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	<b>HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC</b>	Mã số: HD.TN.102 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 02/01/2018 Trang: 1/4
---	--------------------------------	--

**XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG SULFAT TRONG MUỐI NaCl BẰNG  
PHƯƠNG PHÁP TRỌNG LƯỢNG**

Nhân viên biên soạn	Nhân viên xem xét	Nhân viên phê duyệt
Nguyễn Thị Thanh Xuân	Trần Thái Vũ	Trần Thái Vũ

**THEO DÕI SỬA ĐỔI TÀI LIỆU**

STT	Vị trí	Nội dung sửa đổi	Ngày sửa đổi
<b>1</b>		Thay đổi format SOP	<b>02/01/2018</b>

## A. TỔNG QUAN

### I. Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định hàm lượng sulphat trong muối NaCl bằng phương pháp trọng lượng. Giới hạn phát hiện của phương pháp là 0.015% và giới hạn định lượng của phương pháp là 0.05%

### II. Tài liệu tham khảo

Tiêu chuẩn này được xây dựng dựa theo: TCVN 3973-84

### III. Nguyên tắc

Phương pháp này dựa trên cơ sở kết tủa  $\text{SO}_4^{2-}$  dưới dạng bari sulphat bằng bari clorua trong môi trường axit, nung và cân kết tủa, từ đó tính ra hàm lượng sulphat.

### IV. Thông tin an toàn phòng thí nghiệm

Các phương pháp an toàn phòng thí nghiệm cần phải được thực hiện nghiêm ngặt như sử dụng áo blouse, tủ hút, găng tay, khẩu trang, kính bảo hộ lao động khi làm việc với axit HCl.

Các hoá chất thải phải được thu gom vào các bình chứa riêng biệt, cụ thể và có dán nhãn nhận biết.

## B. PHÂN TÍCH

### I. Thiết bị

- Cân phân tích, độ chính xác 0,0001g
- Lò nung, có nhiệt độ từ  $650 \pm 50^\circ\text{C}$
- Chén sứ.
- Bếp điện.
- Bình hút ẩm.

### II. Hóa chất và dung dịch thử

- Hóa chất
  - $\text{BaCl}_2$ , TKPT

- HCl, TKPT
- AgNO<sub>3</sub>, TKPT

2. Dung dịch thử

- HCl 10%
- BaCl<sub>2</sub> 10%

### III. Kiểm soát QA/QC

Trong một lô phân tích bắt buộc phải thực hiện những mẫu sau:

- Mẫu blank
- Mẫu spike
- Mẫu duplicate bắt buộc khi phân tích  $\geq 5$  mẫu

### IV. Thực hiện phân tích

Cân khoảng 5 g mẫu thử, chính xác đến 0,001 g cho vào trong erlen 250mL. Hòa tan bằng 100mL nước cất cho tan hoàn toàn, thêm 3mL HCl 10%, đun sôi dung dịch đồng thời cũng đun 10mL dung dịch BaCl<sub>2</sub> 10% đến gần sôi, rồi cho dung dịch BaCl<sub>2</sub> nóng vào dung dịch muối, dùng thìa thủy tinh khuấy dung dịch trong 3 phút, để nguội đến nhiệt độ phòng (cho vào phần trong của dung dịch mấy giọt BaCl<sub>2</sub> 10% thấy không kết tủa là được).

Tiến hành lọc kết tủa BaSO<sub>4</sub> bằng giấy lọc bằng xanh, trước hết lọc phần trong của kết tủa, rồi thêm 25 mL nước cất đun sôi vào cốc gạn lọc, tráng cốc và rửa kết tủa 5 lần bằng nước nóng cho tới khi nước lọc ra không có phản ứng clo ( thử bằng AgNO<sub>3</sub> 0.1N) là được.

Lấy giấy lọc có kết tủa BaSO<sub>4</sub> ra khỏi phễu và bỏ vào chén nung ( chén nung đã nung trước và cân trước khối lượng  $m_1$ ). Đem chén nung này đặt lên bếp điện cho than hóa trước rồi bỏ vào lò nung ở nhiệt độ 650°C trong 1 giờ, làm nguội chén trong bình hút ẩm và lặp lại quá trình nung, cân cho tới khi khối lượng chênh nhau dưới 0.001g là được ( $m_2$ ).

Mẫu blank được làm song song như với mẫu cũng cân 5g nhưng không cho dung dịch BaCl<sub>2</sub> vào.

### C. TÍNH KẾT QUẢ

Hàm lượng sunphat tính theo công thức:

$$SO_4(\%) = \frac{[(m_2 - m_1)_{spl} - (m_2 - m_1)_{bl}] \times 0.445 \times 100}{m}$$

Trong đó:

$m_{1spl}$ : khối lượng chén nung, tính bằng (g)

$m_{2spl}$ : khối lượng chén nung có kết tủa tính bằng (g)

$m_{1bl}$ : khối lượng chén nung, tính bằng (g)

$m_{2bl}$ : khối lượng chén nung có kết tủa tính bằng (g)

$m$ : khối lượng mẫu thử, tính bằng (g)

100: hệ số tính ra phần trăm.

0.445: hệ số qui đổi từ  $BaSO_4$  thành  $SO_4$

#### D. KIỂM SOÁT DỮ LIỆU QA/QC

- Mẫu blank

- Mẫu spike có hiệu suất thu hồi lớn hơn 95%

#### E. BÁO CÁO KẾT QUẢ

Kết quả phân tích được ghi nhận lại trong phiếu phân tích BM.15.04b và BM.15.06