

TCVN 3973-84.

MUỐI N (NATRI CLORUA). PHƯƠNG PHÁP THỬ

- Cơ quan biên soạn: Cục Công nghệ phẩm và Công nghệ phẩm
- Cơ quan ban hành: Bộ Công nghệ phẩm
- Cơ quan trình duyệt TNGC: Tiêu chuẩn - Đo lường - Chất lượng
- Cơ quan xét duyệt và ban hành: Ủy ban Khoa học và Kỹ thuật Nhà nước
- Quy định ban hành số 107/Q ngày 20/11/1984.

Tiêu chuẩn này quy định cách lấy mẫu và phương pháp xác định các chỉ tiêu cơ bản và hóa lý của muối natri (Natri clorua - NaCl).

1. Lấy mẫu.

1.1. Chất lượng của mẫu lô hàng muối được xác định dựa trên cơ sở kết quả phân tích mẫu trung bình của lô hàng.

Lô hàng muối là lượng muối cùng chủng loại, sản xuất theo cùng dây chuyền công nghệ, được giao nhận cùng một thời điểm.

Mẫu trung bình được lấy từ các mẫu ban đầu của lô hàng. Trước khi lấy mẫu ban đầu, cần quan sát đường bên ngoài, các tạp chất, tình trạng bao bì.

1.2. Lấy mẫu ban đầu.

1.2.1. Gọt bỏ các mẫu ban đầu của lô hàng thành mẫu chung. Khi lấy mẫu ban đầu phải lấy sao cho khi lấy mẫu chung không ít hơn 20kg.

1.2.2. Lấy mẫu từ các thùng, muirich, kho, muir trên toa tàu.

Mẫu ban đầu được lấy trên bề mặt rãnh trên bề mặt sâu 0,5m rãnh 0,5m, dùng dụng cụ sâu t xuống vào trong lớp muối (không cào ngang) từ 9 điểm phân bố đều theo rãnh.

Từ các lô hàng lớn hơn 1.000 tấn trở lên thì lấy mẫu từ 20 điểm lấy mẫu

mẫu phân bố đều theo chiều cao, và theo mặt ngang của lô hàng, lấy kết hợp trong quá trình bốc dỡ muối.

1.2.3. Lấy mẫu từ trong thuy, trong sà lan.

Mẫu ban đầu được lấy 3 điểm từ hàng: lúc bốc dỡ, sau khi dỡ 1/4 và sau khi dỡ 3/4 lô hàng - lấy 10 mẫu các vị trí khác nhau của thuy hay sà lan.

Riêng thuy 3 - 5 tấn, mẫu lấy ba mẫu.

1.2.4. Lấy mẫu từ bao gói nhỏ hay lớn.

Mẫu ban đầu được lấy trong 3% số bao hay lớn nhỏ không ít hơn 3 bao hay lớn. Lấy theo kiểu chọn lựa phân bố ngẫu nhiên. Ví dụ lô hàng có 100 bao, lấy mẫu các bao thứ 20, 50, 80, v.v...

1.3. Lấy mẫu trung bình.

Trên mẫu trung bình, lấy mẫu trên mặt phẳng chia thành hình vuông, chia hình ô vuông theo góc chéo thành 4 phần tam giác, bỏ 2 phần ngoài, từ hai phần còn lại, lặp lại quá trình chia mẫu như trên nhiều lần cho đến khi lấy được ít nhất 1,5kg. Đó là mẫu trung bình.

Chia mẫu trung bình thành 3 phần bằng nhau cho vào túi có nút kín hay túi polyetylen hai lớp, hàn kín miệng, mẫu chuyển vào phòng thí nghiệm phân tích, mẫu mẫu phân tích trạng thái, mẫu mẫu phân tích giao hay nhận hàng.

Trên mẫu trung bình có dán nhãn ghi: tên cơ sở sản xuất, tên sản phẩm, hàng chất lượng, khi lấy lô hàng, ngày và ngày lấy mẫu, họ tên người lấy mẫu.

Cơ quan phân tích trạng thái và nội dung mẫu trung bình theo sơ đồ thu nhận giao và nhận.

Chú thích:

1. Mẫu chung thường được chia từ khi lấy 1,5kg (mẫu trung bình) chia phần nhau ngay từ ngày lấy mẫu, trước khi vào phòng thí nghiệm.

2. Nếu có bao bì mẫu ban đầu thì mẫu ban đầu được lấy khi muirich từ bao bì hay từ máng trượt. Dùng khay có kích thước 0,6x0,6m sâu 0,05m hàng ngang qua cùng lúc dòng muối chảy xuống. Khi lấy mẫu cần lấy như trên.

1.4. Đóng gói lấy mẫu.

Tất cả các dụng cụ ly m u u m b o khô, sạch. Dụng cụ ly m u và ng m u g m có: dao con, khay men hoặc khay nh a c ng 50x50x20cm và 80x80x20cm n u là khay g ph i có lót nylon, x ng g (gi ng nh x ng xúc cát) x ng xúc m u i trong s n xu t m u i ph i cát, các l có nút kín, các túi Polyetylen hai l p có kích th c 20x25cm, d ng c khâu bao và hàn mi ng túi, bao a y bao cói hai l p (l p trong là nylon) ng m u m u i ban u.

2. Ph ng pháp th .

Trong tất cả các phép th , dùng thu c th lo i tinh khi t phân tích.

2.1. Xác nh màu s c: R i u m u th lên m t ph ng, s ch m u tr ng sao cho l p m u i d y 1cm; quan sát m u s c.

2.2. Xác nh mùi v: Cân 5g m u i hòa tan trong 100ml n c c t nh i t phòng, n m xác nh v.

2.3. Xác nh mùi: Cân 20g m u i, nghi n trong c i s nh i t phòng r i ng i xác nh mùi.

2.4. Xác nh hàm l ng m.

2.4.1. Dụng cụ chén s có n p.

Máy s y có th s y nh i t 1400C.

2.4.2. Ti n hành th : S y chén s có n p nh i t 1400C làm ngu i trong bình hút m, cân chén, t i p t c s y chén t i kh i l ng không i.

Cân kho ng 10g m u i chính xác t i 0,01g cho vào chén s y. S y m u i nh i t $140 \pm 100^\circ\text{C}$ trong 3 gi . L y chén ra y n p làm ngu i trong bình hút m r i cân. S y t i p 30 phút, cân cho t i khi chênh l ch gi a hai l n cân liên ti p không quá 0,01g.

2.4.3. Tính k t qu : Hàm l ng m c a m u i tính b ng ph n tr m (X1)

tính theo công th c:

$$X1 = \frac{m1 - m2}{m} \cdot 100$$

Trong ó:

$m1$: Kh i l ng chén và m u i tr c khi s y, tính b ng gam. $m2$: Kh i l ng chén và m u i sau khi s y, tính b ng gam.

M : L ng cân m u i tính b ng gam.

2.5. Xác nh hàm l ng t p ch t không tan trong n c.

2.5.1. Dụng cụ .

- Cân phân tích, chính xác 0,001g.

- Bình hút m.

- Gi y l c.

2.5.2. Ti n hành th .

Cân 25g m u i ã s y khô (l y m u i ã s y khô t i kh i l ng không i) cho vào c c có dung tích 400ml, dùng 100ml n c c t hòa tan m u i.

Dun sôi dung d ch trong 10 phút, y n p bình và dung t i p trong 30 phút, ngu i t i nh i t phòng. Ti n hành l c trên ph u có gi y l c (gi y l c ã s y khô và bi t kh i l ng). N c tráng và r a c chuy n lên ph u l c. Sau ó, ti n hành r a ch t không tan ngay tr ên gi y l c nh i u l n b ng n c c t t i khi th n c r a b ng dung d ch b c nitrat 0,1N, không th y k t t a tr ng c a b c Clorua là c. Cho dung d ch l c và r a vào bình nh m c có dung tích 500ml, ngu i và thêm n c c t t i v ch m c, l c u và ñung d ch này phân tích các ion.

Gi y l c và ch t không tan c chuy n vào kính ng h , s y nh i t $105 \pm 20^\circ\text{C}$ trong 3 gi , sau ó làm ngu i trong bình hút m, r i cân, l p l i quá trình trên cho t i khi chênh l ch gi a hai l n cân liên ti p không quá 0,001g.

2.5.3. Tính k t qu .

Hàm l ng t p ch t không tan trong n c tính b ng ph n tr m ch t khô (X2) theo công th c:

$$X2 = \frac{m1 - m2}{m} \cdot 100$$

Trong ó:

$m1$: Kh i l ng gi y l c và ch t không tan ã s y, tính b ng gam.

m₂: Khối lượng muối, tính bằng gam.

m: Lượng mẫu tính bằng gam.

Kết quả là trung bình của 2 lần xác định song song.

2.6. Xác định hàm lượng ion Clo (Cl⁻).

2.6.1. Nguyên tắc: Chuẩn độ ion Clo bằng dung dịch bạc Nitrat (AgNO₃) với chất chỉ thị Kali Cromat (K₂CrO₄).

2.6.2. Thuốc thử và dung dịch.

- Bạc Nitrat, dung dịch 0,1N.

- Kali Cromat, dung dịch 10%.

- Bình định mức 250ml.

2.6.3. Tiến hành thử: Lấy 25ml dung dịch mẫu từ bình định mức 500ml (lưu ý 2.5), cho vào bình định mức 250ml, pha loãng bằng nước cất và thêm 10ml dung dịch muối. Lấy 25ml dung dịch mẫu trong bình 250ml cho vào bình tam giác có dung tích 150ml, thêm 25ml nước cất, thêm 5 - 10 giọt Kali Cromat dung dịch 10% dung dịch có màu vàng nhạt. Chuẩn độ bằng dung dịch bạc Nitrat 0,1N, đến khi dung dịch chuyển sang màu bền.

2.6.4. Tính kết quả.

Hàm lượng ion Clo tính bằng phần trăm chất khô (X₃) theo công thức:

$$X_3 = \frac{0,0035 \cdot 200}{m} \cdot 100$$

Trong đó:

0,00355: Lượng ion Clo trong 1ml dung dịch AgNO₃ 0,1N tính bằng gam.

V: Thể tích AgNO₃ 0,1N tiêu tốn khi chuẩn độ tính bằng ml.

$$200: \text{Hệ số pha loãng} \left(\frac{25}{500} \cdot \frac{25}{250} = \frac{1}{200} \right)$$

Lấy kết quả trung bình của hai lần xác định song song. Chênh lệch kết quả giữa hai lần xác định song song không vượt quá 0,1%.

2.7. Xác định hàm lượng ion Sunfat (SO₄⁻) (Phương pháp trọng tải).

2.7.1. Nguyên tắc: Phương pháp này dựa trên các kết tủa SO₄⁻ dưới dạng Bari Sunfat bằng Bari Clorua, trong môi trường axit, nung và cân kết tủa, từ đó tính ra hàm lượng SO₄⁻.

2.7.2. Dụng cụ và thuốc thử.

- Axit Clohydric, dung dịch 10% (pH = 5 - 6).

- Bari Clorua, dung dịch 0,1N.

- Lò nung, có nhiệt độ nung 650 ± 50°C.

2.7.3. Tiến hành thử.

Lấy 100ml mẫu trong bình định mức 500ml (lưu ý 2.5) cho vào cốc dung tích 200ml, thêm 3ml dung dịch HCl 10%, đun sôi nhẹ cho đến khi còn 10ml dung dịch BaCl₂ nóng, rồi cho dung dịch BaCl₂ nóng vào dung dịch mẫu, dùng thìa khuấy đều dung dịch trong 3 phút, đun sôi nhẹ để pha loãng (cho vào phần trong cốc dung dịch mẫu để kết tủa BaCl₂, thay vì không kết tủa là được).

Tiến hành lọc kết tủa bằng giấy lọc đã sấy khô, chuyển lọc phần trong phía trên kết tủa, rồi thêm 25ml nước cất đun sôi vào cốc lọc, làm lạnh bằng nước đá, sau đó chuyển kết tủa lên giấy lọc, tráng cốc và rửa kết tủa 5 lần bằng nước cất nóng cho đến khi nước lọc ra không có phần ion Clo (thử bằng AgNO₃ 0,1N) là được.

Lấy giấy lọc có kết tủa BaSO₄ rửa kỹ bằng nước và đặt lên kính lọc, tiến hành sấy khô ở 1050°C trong vòng 1 giờ, sau đó chuyển kết tủa vào chén nung (chén không bị tác động bởi nhiệt độ) có nắp. Nung chén có kết tủa ở nhiệt độ

650 ± 50°C trong 1 giờ, làm nguội trong bình hút ẩm, rồi cân kết tủa, lặp lại quá trình nung cân cho đến khi khối lượng chênh lệch dưới 0,001g là được.

2.7.4. Tính kết quả.

Hàm lượng Sunfat tính bằng phần trăm chất khô (X₄) theo công thức:

$$X_4 = \frac{0.445.(m_1 - m_2).V}{m.v}$$

0,445 : H số chuyển BaSO₄ ra SO₄⁻.

m₁: Khối lượng chén nung có kết tủa, tính bằng gam.

m₂: Khối lượng chén nung không có kết tủa, tính bằng gam.

m: Lượng cân mẫu để tính bằng gam.

V: Dung tích bình nhậm, tính bằng ml.

v: Thể tích dung dịch hút từ bình nhậm, tính bằng ml.

Kết quả là trung bình của 2 lần xác định song song, chênh lệch giữa 2 lần xác định song song không lớn hơn 0,1%.

2.8. Xác định hàm lượng ion Sunfat (SO₄⁻)

2.8.1. Nguyên tắc.

Dùng lượng Bari Clorua để kết tủa ion Sunfat SO₄⁻ của mẫu môi trường axit yếu (kết tủa BaSO₄).

Dùng Trilon B chelat các ion Ba⁺⁺, Mg⁺⁺ và Ca⁺⁺ trong môi trường có NH₄OH - NH₄Cl (pH = 10), chất chỉ thị là Eriocrom T đen và Metylam.

Nguyên tắc dùng Trilon B chelat lượng dung dịch BaCl₂ đã dùng, chelat ion Ca⁺⁺, Mg⁺⁺ của mẫu, có môi trường và chất chỉ thị như trên.

T 3 lần chuẩn s tính hàm lượng ion SO₄⁻.

2.8.2. Dụng cụ và thuốc thử.

- Dung dịch Trilon B 0,025M.

- Bari Clorua, dung dịch 0,05M.

- Dung dịch NH₄OH - NH₄Cl, pH = 10.

- Dung dịch chất chỉ thị ET00 0,5%

- Metylam, dung dịch 0,2%.

- Axit Clohydric đậm đặc.

- Buret.

2.8.3. Tiến hành thử.

Lấy 20ml dung dịch mẫu trong bình nhậm 500ml (lưu ý 2,5) cho vào bình tam giác 250ml, thêm 30ml nước cất, 1 giọt dung dịch HCl đậm đặc, và tất cả dung dịch vào thêm 5ml dung dịch BaCl₂ khi có kết tủa trắng thì yên dung dịch 1 - 2 phút nếm rồi thêm 2ml dung dịch NH₄OH - NH₄Cl và 10 giọt ET100, 10 giọt Metylam. Dùng dung dịch Trilon B chelat khi dung dịch chuyển từ màu sang mẫu tro, rồi sang xanh lá cây thì dừng lại, ghi lượng Trilon B đã dùng (V1).

Lấy 20ml dung dịch mẫu trong bình nhậm 500ml (lưu ý 2,5) cho vào bình tam giác 250ml, lần lượt thêm 30ml nước cất, 2ml dung dịch Trilon B cho tới khi dung dịch chuyển từ màu tro sang xanh lá cây. Ghi lượng Trilon B đã dùng (V2).

2.8.4. Tính kết quả.

Hàm lượng ion SO₄⁻ tính bằng phần trăm chất khô (X₄) theo công thức:

$$X_4 = \frac{96.25.(v_1 + v_2 - v_1).M.100}{100.m}$$

Trong đó:

96: Phân tử lượng ion SO₄⁻.

25: Hệ số pha loãng $\frac{20}{500}$

V1: Thể tích Trilon B chelat lần thứ nhất (chelat lượng Mg⁺⁺, Ca⁺⁺ và Ba⁺⁺), tính bằng ml.

V2: Thể tích Trilon B dùng lần thứ 2 (chelat lượng 5ml dung dịch BaCl₂) tính bằng ml.

M: Nồng độ phân tử Trilon B.

m: Lượng cân mẫu để tính bằng gam.

Kết quả cuối cùng là trung bình của hai lần xác định song song, chênh lệch kết quả giữa hai lần xác định song song không vượt quá 0,5%.

2.9. Xác định hàm lượng ion Canxi (Ca^{2+}).

2.9.1. Nguyên tắc.

Trong dung dịch mẫu có pH = 12 chất chỉ thị Canxein kết hợp với ion Canxi xuất hiện màu. Khi có Trilon B trong dung dịch, nó sẽ tạo thành phức chất với Canxi và đẩy Canxein ra khỏi dung dịch, dung dịch chuyển sang màu vàng ánh xanh. Căn cứ vào lượng Trilon B tiêu hao, sẽ xác định hàm lượng Canxi trong dung dịch.

2.9.2. Dụng cụ và thuốc thử.

- Trilon B, dung dịch 0,01N.
- Dung dịch chất chỉ thị Canxein 0,5%.
- Natri hydroxyt, dung dịch 1N.
- Buret.

2.9.3. Tiến hành thử.

Lấy 20ml dung dịch mẫu trong bình định mức 500ml (lưu ý 2.5), thêm 30ml nước cất, 5ml NaOH 1N, 1 giọt Canxein 0,5%. Tiến hành chuẩn độ bằng thuốc thử Trilon B đến dùng.

Chuẩn bị mẫu thí nghiệm như trên rồi cho vào dung dịch khoảng 90% lượng Trilon B đã ghi trên mẫu thử. Sau đó thêm 5ml dung dịch

NaOH 1N và 4 giọt Canxein 0,5%. Dùng Buret vì lượng tiêu thụ chuẩn độ Trilon B cho đến khi dung dịch chuyển từ màu sang màu vàng ánh xanh, ghi lượng tiêu thụ dung dịch Trilon B đã dùng để tính.

2.9.4. Tính kết quả.

Hàm lượng Canxi tính bằng phần trăm chất khô (X5) theo công thức:

$$X5 = \frac{0.0004 \cdot V1 \cdot 500}{V2 \cdot m} \cdot 100$$

Trong đó:

0,0004 : Lượng Canxi tiêu thụ trong 4ml Trilon B, tính bằng gam.

V1: Thể tích dung dịch Trilon B 0,01N tiêu thụ khi chuẩn độ, tính bằng ml.

V2: Thể tích dung dịch mẫu lấy để phân tích, tính bằng ml.

500: Dung tích bình định mức, tính bằng ml.

m: Lượng mẫu thử, tính bằng gam.

Kết quả cuối cùng là trung bình của hai lần xác định song song, chênh lệch giữa hai lần xác định song song không vượt quá 0,05%.

2.10. Xác định hàm lượng ion Magiê (Mg^{2+}).

2.10.1. Nguyên tắc.

Phương pháp này dựa trên đặc tính của ion Ca^{2+} , Mg^{2+} bằng dung dịch Trilon B, chất chỉ thị là Criocrom T trong môi trường pH = 10, kết hợp với phương pháp xác định Canxi (lưu ý 2.9) sẽ xác định hàm lượng Magiê.

2.10.2. Dụng cụ và thuốc thử.

- Trilon B, dung dịch 0,01N.
- Tinh thể Criocrom T.
- Dung dịch NH_4OH - NH_4Cl ; pH = 10.
- Buret.

2.10.3. Tiến hành thử.

Lấy 20ml dung dịch mẫu trong bình định mức 500ml (lưu ý

2.5) cho vào bình tam giác 250ml, thêm 30ml nước cất, 10ml dung dịch $\text{pH} = 10$, vài tinh thể ETOO.

Dùng Trilon B 0,01N chuẩn độ đến khi dung dịch chuyển từ màu

tím sang xanh hoàn toàn, ghi lượng tiêu thụ Trilon B đã dùng.

2.10.4. Tính kết quả.

Hàm lượng ion Magiê tính bằng phần trăm chất khô (X6) theo công thức:

$$X6 = \frac{0.00024 \cdot (V2 - V1) \cdot 500}{V \cdot m} \cdot 100$$

Trong đó:

0,00024: Lượng Magiê tương đương với 1ml Trilon B 0,01N, tính bằng gam.

V1: Lượng Trilon B dung dịch 0,01N dùng chuẩn Mg⁺⁺, tính bằng ml.

V2: Lượng Trilon B dung dịch 0,01N chuẩn Ca⁺⁺, tính bằng ml (điểm 2.9 cùng lượng mẫu xác định Mg⁺⁺).

V: Thể tích dung dịch mẫu lấy tit bình định, tính bằng ml.

m: Lượng cân mẫu, tính bằng g.

Kết quả cuối cùng là trung bình của các kết quả 2 lần xác định song song, chênh lệch kết quả giữa 2 lần xác định song song không lớn hơn 0,5%.

2.11. Xác định hàm lượng ion Kali (K⁺).

2.11.1. Nguyên tắc.

Trong môi trường axit yếu, Tetraphenyl Borat Natri có phản ứng với ion K⁺ cho kết quả tạo thành kết tủa ít trong nước. Sản phẩm tạo ra xác định hàm lượng Kali.

2.11.2. Dụng cụ và thuốc thử.

- Tetraphenyl Borat Natri.

Cân 3g Tetraphenyl Borat Natri NaB(C₆H₅)₄ và 0,5g Nitrat nhôm Al(NO₃)₃ hòa tan trong nước thành dung dịch có dung tích 10ml qua 1 đêm (chứa pha trộn khi dùng);

- Axit Axetic, dung dịch 1N.

Dung dịch rửa: dùng 100ml nước cất pha thêm 2ml dung dịch tetraphenyl Borat Natri 3% và 2ml dung dịch axit Axetic 1N.

- Phễu lọc số 4.

2.11.3. Tiến hành thử.

Lấy 20ml dung dịch mẫu trong bình định 500ml (điểm 2.5) cho vào bình định 250ml, thêm nước cất vào.

Lấy 50ml dung dịch trong bình định 250ml trên, cho vào cốc dung tích 150ml axit hóa bằng 5ml dung dịch axit Axetic 1N, đun nóng 40 - 50°C cho tới 10ml dung dịch Tetraphenyl Borat Natri 3%. Khuấy mạnh rồi làm nguội bằng nước đá để kết tủa.

Dùng phễu lọc số 4 (đã tẩy sạch bằng nước không ion) để lọc kết tủa 120 ± 50°C. Lấy kết tủa. Rửa kết tủa ngay trên phễu lọc 3ml dung dịch rửa và 3 lần nước cất, mỗi lần 3ml, hút khô kết tủa, sấy kết tủa (củ phễu) ở 120 ± 50°C trong 1 giờ, làm nguội trong bình hút ẩm rồi cân.

Lưu ý quá trình sấy, làm nguội và cân để kết quả không sai.

2.11.4. Tính kết quả.

Hàm lượng ion Kali tính bằng phần trăm chất khô (X7) theo công thức:

$$X7 = \frac{0.1091 \cdot 125 \cdot M \cdot 100}{m}$$

Trong đó:

0,1091: Hệ số tính chuyển Kali từ NaB(C₆H₅)₄.

125: Hệ số pha loãng $\frac{20}{500} \cdot \frac{50}{250} = \frac{1}{125}$

M: Khối lượng kết tủa, tính bằng gam.

m: Lượng cân mẫu, tính bằng gam.

Kết quả cuối cùng là trung bình của các kết quả 2 lần xác định song song, chênh lệch kết quả giữa 2 lần xác định song song không lớn hơn 0,5%.

2.12. Xác định hàm lượng ion Natri (Na⁺).

2.12.1. Nguyên t c.

Dùng Antimonat Kali $K_2H_2Sb_2O_7$ k t t a Natri trong môi tr ng trung tính hay axit y u, hòa tan k t t a trong h n h p axit Clohydric và Iodua Kali r i dùng Thiosunfat Natri nh phân l t t do, t ó tính ra hàm l ng Na^+ .

Tr c h t ph i lo i các ion Mg^{++} , Ca^{++} + kh i dung d ch b ng cách cho dung d ch tác d ng v i 8 Ôxy Quinolin k t t a $Mg(C_9H_6NO_2)_2.4H_2O$.

gi m hòa tan c a $Na_2H_2Sb_2O_7.4H_2O$ trong n c, quá trình k t t a c ti n hàn h trong dung d ch Etanola.

2.12.2. D ng c và thu c th .

- Dung d ch 8 oxy Aninolin 2% trong Etanola.

- Dung d ch t o k t t a: l y 20g Antimonat Kali hòa tan trong 1 lít n c c t sôi, làm ngu i và thêm vào ó 1g KOH, qua m t êm, n u có v n

c ph i l c.

- Natri Thiosufat, dung d ch 0,05N.

- Etanola khan.

- Axit Clohydric m c.

- Kali Iodua tinh th .

- H tinh b t, dung d ch 0,5% Amoni Hydroxyt dung d ch 10%.

- N i cách th y.

2.12.3. Ti n hành th .

L y 20ml dung d ch n c mu i trong bình nh m c 500ml (i m 2.5) cho vào c c dung tích 150ml, un sôi nh (khi s i t m) thêm 10ml dung d ch 8 Oxy Aninolin 2% và nh thêm kho ng 0,3ml dung d ch NH_4OH 10% un cách th y cho dung d ch sôi trong 1 - 2 phút; ngu i, l c k t t a trên ph u s 4, dùng 100ml n c c t chia làm nhi u l n r a k t t a (nh v y ã lo i c 2 ion Mg^{++} và Ca^{++} ra kh i dung d ch).

em dung d ch l c r a trên cô c t i th tích 25ml, r i nh vào ó 25ml c n Etanola khan.

un h n h p trên n i cách th y và cho t t 25ml dung d ch $K_2H_2Sb_2O_7$ v a cho vào v a khu y. Khi th y có k t t a t o thành thì cho nhanh h n.

yên nhi t phòng trong 1 gi r i l c k t t a trên ph u s 4, dung 40ml dung d ch Etanola r a 7 l n.

Chuy n toàn b k t t a trên ph u vào c c có dung tích 150ml và hòa tan k t t a b ng 8ml HCl c, l y n c c tr a ph u l c thành c c và thêm n c c t dung d ch x p x 50ml. Cho vào dung d ch 1g tinh th KI yên trong 5 phút r i chu n b ng dung d ch Thiosufat Natri cho n khi dung d ch có m u vàng nh t. Thêm 5ml ch t ch th h tinh b t 0,5% l c và ti p t c chu n cho t i khi dung d ch h t m u.

2.12.4. Tính k t qu .

Hàm l ng ion Natri tính b ng ph m tr m ch t khô (X9) theo công th c:

$$X9 = \frac{V.N. \cdot \frac{23}{2} \cdot 500 \cdot 100}{v.m}$$

Trong ó:

V: Th tích $Na_2S_2O_3$ tiêu t n khi chu n, tính b ng ml.

N: N ng ng l ng c a $Na_2S_2O_3$.

v: L ng n c mu i ã l y, tính b ng ml.

m: L ng cân m u mu i, tính b ng gam.

$\frac{23}{2}$: H s tính chuy n ra Natri.

500: Dung tích bình nh m c, tính b ng ml.

K t qu cu i cùng là trung bình c ng c a k t qu 2 l n xác nh song song, chênh l ch gi a 2 l n xác nh song song không l n h n 0,1%.

2.13. Cách biểu thị thành phần muối n.

Khi có kết quả phân tích hàm lượng các ion có trong muối n như trên, cần biểu thị ra các hợp chất như sau:

- Cho Ca^{++} kết hợp với SO_4^{--} biểu thị thành CaSO_4 .
- Lượng ion SO_4^{--} trừ đi lượng SO_4^{--} kết hợp với Ca^{++} , phần còn lại kết hợp với MgSO_4
- Lượng ion Mg^{++} trừ đi Mg^{++} kết hợp với SO_4^{--} , phần còn lại kết hợp với Cl để thành MgCl .

Tóm tắt cách biểu thị thành phần muối n.

Cation Anion	Ca^{++}	Mg^{++}	K^+	Na^+
SO_4^{--}	CaSO_4	MgSO_4	KCl	NaCl
Cl^-		MgCl_2		

Chú thích: Hàm lượng Natri xác định theo phương pháp trên (xem 2.12) có thể cho kết hợp với Cl để biểu thị thành phần NaCl . Nếu thấy kết quả trên là 0. Nếu không kết quả thì dùng số liệu đó tham khảo.
