**XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG SULFAT TRONG MUỐI NaCl BẲNG 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 |
| **1** |  | Thay đổi format SOP | **02/01/2018** |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |

**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 SO42- 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**

a. Cân phân tích, độ chính xác 0,0001g

### b. Lò nung, có nhiệt độ từ 650±50oC

c. Chén sứ.

d. Bếp điện.

e. Bình hút ẩm.

**II. Hóa chất và dung dịch thử**

1. Hóa chất

* BaCl2, TKPT
* HCl, TKPT
* AgNO3, TKPT

1. Dung dịch thử

* HCl 10%
* BaCl2 10%

**III. Kiểm soát QA/QC**

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

- Mẫu blank

- Mẫu spike

- Mẫu duplicate bắt buộc khi phân tích ≥ 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 BaCl­2 10% đến gần sôi, rồi cho dung dịch BaCl2 nóng vào dung dịch muối, dùng đũa thủy tinh khuấy dung dịch trong 3 phút, để nguội đến nhiệt độ phòng (cho vào phần trong của dung dịch mấy giọt BaCl2 10% thấy không kết tủa là được).

Tiến hành lọc kết tủa BaSO4 bằng giấy lọc băng 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 AgNO3 0.1N) là được.

Lấy giấy lọc có kết tủa BaSO4 ra khỏi phễu và bỏ vào chén nung ( chén nung đã nung trước và cân trước khối lượng m1). Đem chén nung này đặt lên bếp điện cho than hóa trước rồi bỏ vào lò nung ở nhiệt độ 650oC 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 (m2).

Mẫu blank được làm song song như với mẫu cũng cân 5g nhưng không cho dung dịch BaCl2 vào.

**C. TÍNH KẾT QUẢ**

Hàm lượng sunphat tính theo công thức:

SO4(%)=

Trong đó:

m1spl: khối lượng chén nung, tính bằng (g)

m2spl: khối lượng chén nung có kết tủa tính bằng (g)

m1bl: khối lượng chén nung, tính bằng (g)

m2bl: 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 BaSO4 thành SO4

**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