

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 10241:2013

ISO 2480:1972

Xuất bản lần 1

**MUỐI (NATRI CLORUA) DÙNG TRONG CÔNG NGHIỆP –
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG SULFAT –
PHƯƠNG PHÁP KHỐI LƯỢNG BARI SULFAT**

*Sodium chloride for industrial use – Determination of sulphate content –
Barium sulphate gravimetric method*

HÀ NỘI – 2013

Lời nói đầu

TCVN 10241:2013 hoàn toàn tương đương ISO 2480:1972;

TCVN 10241:2013 do Cục Chế biến, Thương mại nông lâm thủy sản và nghề muối biên soạn, Bộ Nông nghiệp và Phát triển nông thôn đề nghị, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Muối (natri clorua) dùng trong công nghiệp – Xác định hàm lượng sulfat – Phương pháp khối lượng bari sulfat

Sodium chloride for industrial use – Determination of sulphate content – Barium sulphate gravimetric method

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp khối lượng để xác định hàm lượng sulfat có trong muối (natri clorua) dùng trong công nghiệp.

2 Lĩnh vực áp dụng

2.1 Trường hợp chung

Phương pháp này áp dụng để xác định sulfat hòa tan trong nước.

2.2 Trường hợp đặc biệt

Xác định sulfat trong dung dịch chính được chuẩn bị trong môi trường axit.

CHÚ THÍCH: Trong các điều kiện đã được chấp nhận, mọi phép xác định có liên quan phải được tiến hành trong cùng môi trường, trừ phép xác định clorua luôn được thực hiện trong dung dịch nước.

3 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi, bổ sung (nếu có).

TCVN 10240 (ISO 2479), *Muối (natri clorua) dùng trong công nghiệp – Xác định chất không tan trong nước hoặc trong axit và chuẩn bị các dung dịch chính dùng cho các phép xác định khác*

4 Nguyên tắc

Hòa tan phần mẫu thử và tách riêng phần cặn không tan.

Kết tủa các ion sulfat dưới dạng bari sulfat trong môi trường axit đang sôi. Lọc, rửa và nung kết tủa. Cân lượng bari sulfat.

5 Thuốc thử

Trong quá trình phân tích, chỉ sử dụng thuốc thử cấp tinh khiết phân tích và chỉ sử dụng nước cất hoặc nước có chất lượng tương đương, trừ khi có quy định khác.

5.1 Dung dịch axit clohydric, khoảng 6 N (6 M)

Pha loãng 50 ml axit clohydric, ρ 1,19 g/ml [dung dịch khoảng 38 % khối lượng hoặc khoảng 12 N (12 M)], đến 100 ml.

5.2 Dung dịch axit sulfuric, ρ 1,84 g/ml [khoảng 96 % khối lượng hoặc khoảng 36 N (18 M)].

5.3 Dung dịch bari clorua, khoảng 1 N (0,5 M)

Hòa tan 122 g bari clorua ngậm hai phân tử nước vào nước đựng trong bình định mức một vạch dung tích 1 000 ml, pha loãng đến vạch và trộn.

5.4 Dung dịch bạc nitrat, 5 g/l trong axit nitric

Hòa tan 0,5 g bạc nitrat trong một ít nước, thêm 10 ml dung dịch axit nitric, ρ khoảng 1,40 g/ml và pha loãng đến 100 ml.

5.5 Dung dịch axit nitric, ρ 1,40 g/ml [khoảng 68 % khối lượng hoặc khoảng 14 N (14 M)].

6 Thiết bị, dụng cụ

Sử dụng các thiết bị, dụng cụ thông thường của phòng thử nghiệm và các thiết bị, dụng cụ như sau:

6.1 Lò nung điện, có thể kiểm soát được ở nhiệt độ $800\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$.

6.2 Bình hút ẩm, chứa đá bọt đã được tẩm axit sulfuric, silica gel hoặc phospho pentoxit.

6.3 Chén nung bằng sứ hoặc platin, đường kính trên khoảng 30 mm, cao khoảng 30 mm.

7 Cách tiến hành

7.1 Phần mẫu thử

Lấy 100,0 ml dung dịch chính A được quy định trong 7.3 của TCVN 10240 (ISO 2479), dung dịch này chứa 100 g mẫu thử trong 1 000 ml.

7.2 Phép xác định

Chuyển phần mẫu thử (7.1) vào cốc có mỏ dung tích 250 ml.

Thêm 2,0 ml dung dịch axit clohydric (5.1), đun đến sôi, khuấy liên tục và thêm từng giọt 10 ml dung dịch bari clorua (5.3) (thời gian thêm dung dịch bari clorua khoảng 1,5 min).

Tiếp tục đun sôi vài phút, khuấy liên tục. Để yên trong nồi cách thủy đang sôi trong 1 h hoặc trong khoảng 12 h ở nhiệt độ môi trường.

Lọc chất kết tủa qua giấy lọc không tro hoặc giấy lọc đã biết hàm lượng tro, giấy lọc phải có cỡ lỗ đủ nhỏ để giữ lại tất cả chất kết tủa (giấy lọc có độ xốp P1,6 nghĩa là cỡ lỗ lên đến 1,6 μm) và rửa bằng nước sôi cho đến khi 10 ml dịch lọc ra khỏi phễu vẫn còn trong sau 5 min tính từ khi thêm 10 ml dung dịch bạc nitrat (5.4). Nếu phát hiện các ion clorua thì phải rửa lại chất kết tủa với một lượng nước nhỏ, hai hoặc ba lần, đến khi các ion clorua hoàn toàn không còn trong nước rửa.

Đặt cẩn thận giấy lọc và lượng chứa trong giấy lọc vào chén nung (6.3), chén nung này đã được gia nhiệt trước đến nóng đỏ, được làm nguội trong bình hút ẩm (6.2) và đã được cân, sau đó đặt chén nung vào tủ sấy ở nhiệt độ $(110 \pm 2) ^\circ\text{C}$ đến khi khô hoàn toàn. Nung giấy lọc ở nhiệt độ thấp. Có thể nung với khí butan hoặc khí axetylen hoặc trong lò nung điện (6.1). Giữ nhiệt độ chén nung ở khoảng $800 ^\circ\text{C} \pm 25 ^\circ\text{C}$ trong 15 min. Nếu kết tủa đang nung có mùi sulfid (BaS) hoặc có màu xám, chứng tỏ có mặt muội than thì làm ẩm với một giọt dung dịch axit nitric (5.5) và 1 giọt dung dịch axit sulfuric (5.2) rồi cho bay hơi đến khô trong chén nung đặt trên bếp điện, đậy kín để tránh làm thất thoát khối lượng. Đưa trở lại lò nung điện (6.1) và nung lại ở khoảng $800 ^\circ\text{C} \pm 25 ^\circ\text{C}$ trong 15 min.

Làm nguội trong bình hút ẩm (6.2) rồi cân, chính xác đến 0,1 mg.

8 Biểu thị kết quả

8.1 Phương pháp tính và công thức

Hàm lượng sulfat (SO_4), được tính bằng phần trăm khối lượng, theo công thức sau:

$$m_1 \times 0,411153 \times \frac{1000}{100} \times \frac{100}{m_0} = \frac{m_1}{m_0} \times 411,53$$

TCVN 10241:2013

Trong đó:

m_0 là khối lượng phần mẫu thử được dùng để chuẩn bị dung dịch chính A, tính bằng gam (g);

m_1 là khối lượng bari sulfat cân được, tính bằng gam (g);

0,41153 là hệ số chuyển đổi từ $BaSO_4$ sang SO_4 .

8.2 Độ lặp lại và độ tái lập

Phân tích so sánh trên hai mẫu từ mười chín phòng thử nghiệm thu được kết quả thống kê sau đây:

		Muối được sản xuất bằng phương pháp công nghiệp	Muối được sản xuất bằng phương pháp truyền thống (phơi nắng)
Giá trị trung bình (phần trăm khối lượng)		0,009	0,117
Độ lệch chuẩn	đối với độ lặp lại (σ_r)	0,0015	0,0033
	đối với độ tái lập (σ_R)	0,0038	0,0085

9 Trường hợp đặc biệt: Xác định sulfat trong dung dịch chính được chuẩn bị trong môi trường axit

9.1 Nguyên tắc

Hòa tan mẫu thử trong môi trường axit và tách riêng cặn không tan.

Cho kết tủa các ion sulfat trong dịch lọc theo phương pháp chung.

9.2 Thuốc thử

Xem Điều 5.

9.3 Thiết bị, dụng cụ

Xem Điều 6.

9.4 Cách tiến hành

9.4.1 Phần mẫu thử

Lấy 100,0 ml dung dịch B được quy định trong 9.5.4 của TCVN 10240 (ISO 2479) chứa 100 g mẫu thử trong 1 000 ml.

9.4.2 Phép xác định

Xem 7.2.

9.5 Biểu thị kết quả

Sử dụng công thức nêu trong Điều 8, trong đó m_0 là khối lượng của phần mẫu thử được sử dụng để chuẩn bị dung dịch chính B, tính bằng gam (g).

10 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải bao gồm các thông tin sau:

- a) viện dẫn phương pháp đã sử dụng;
 - b) các kết quả và phương pháp biểu thị kết quả;
 - c) mọi tình huống bất thường ghi nhận được trong phép xác định;
 - d) mọi chi tiết thao tác không đề cập trong tiêu chuẩn này hoặc những điều được coi là tùy chọn.
-