

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 10240:2013

ISO 2479:1972

Xuất bản lần 1

**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**

*Sodium chloride for industrial use – Determination of matter insoluble in water or
in acid and preparation of principal solution for other determinations*

HÀ NỘI – 2013

Lời nói đầu

TCVN 10240:2013 hoàn toàn tương đương ISO 2479:1972;

TCVN 10240:2013 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 chất không tan trong nước hoặc trong axit và chuẩn bị các dung dịch chính dùng cho các phép xác định khác

Sodium chloride for industrial use – Determination of matter insoluble in water or in acid and preparation of principal solution for other determinations

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định chất không tan có trong muối (natri clorua) dùng trong công nghiệp.

Tiêu chuẩn này cũng mô tả việc chuẩn bị các dung dịch chính dùng cho các phép xác định khác.

CHÚ THÍCH: Muối dùng trong công nghiệp có thể chứa các thành phần rất ít hòa tan hoặc hòa tan rất chậm trong nước. Vì vậy, các chất không tan có trong muối dùng trong công nghiệp được xác định theo các điều kiện được mô tả trong tiêu chuẩn này. Các điều kiện này mô phỏng các điều kiện thông thường trong xử lý muối dùng trong công nghiệp. Mục đích không phải là hòa tan tất cả các tạp chất mà chỉ dùng để xác định các chỉ tiêu cần quan tâm.

2 Lĩnh vực áp dụng

2.1 Trường hợp chung

Xác định chất không tan trong nước.

2.2 Trường hợp đặc biệt

Xác định chất không tan trong môi trường axit.

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

3 Nguyên tắc

Hòa tan phần mẫu thử trong nước. Lọc, sấy và cân phần cặn không tan.

Pha loãng dung dịch lọc thành dung dịch chính (dung dịch A) để tiến hành các phép xác định khác.

4 Thuốc thử

Chỉ sử dụng nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

4.1 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 rồi thêm nước đến 100 ml.

5 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:

5.1 Chén lọc hoặc phễu, bằng thủy tinh hoặc sứ, đường kính khoảng 30 mm, loại độ xốp P 10 hoặc P 16 (cỡ lỗ từ 4 μm đến 16 μm).

5.2 Tủ sấy, được thông gió bằng cách đối lưu, có khả năng kiểm soát được nhiệt độ ở $110\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$.

5.3 Bình hút ẩm, chứa silicagel, phospho pentoxid hoặc rây phân tử.

6 Lấy mẫu

Việc lấy mẫu không quy định trong tiêu chuẩn này. Nên lấy mẫu theo TCVN 1694:2009 (ISO 8213:1986) *Sản phẩm hóa học sử dụng trong công nghiệp – Kỹ thuật lấy mẫu – Sản phẩm hóa học rắn ở dạng hạt từ bột đến tảng thô*.

Mẫu gửi đến phòng thử nghiệm phải là mẫu đại diện. Mẫu không bị hư hỏng hoặc thay đổi trong suốt quá trình bảo quản và vận chuyển.

7 Cách tiến hành

7.1 Phần mẫu thử

Cân khoảng 100 g mẫu thử, chính xác đến 0,01 g.

7.2 Xác định

Cho phần mẫu thử (7.1) vào cốc có mỏ 600 ml và thêm 350 ml nước. Vừa đun vừa khuấy trong 10 min cho đến vừa gần sôi rồi chuyển cốc có mỏ được đậy bằng nắp kính đồng hồ vào nồi cách thủy đang sôi và giữ trong 30 min. Làm nguội đến khoảng $20\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Lọc dung dịch bằng chân không trên chén lọc (5.1) đã được sấy trước ở $110\text{ }^{\circ}\text{C}$, làm nguội trong bình hút ẩm (5.3) và cân chính xác đến 0,1 mg.

Sau đó, rửa chất không tan năm lần liên tiếp, mỗi lần dùng 20 ml nước. Dùng hút chân không sau mỗi lần rửa để chuyển chất không tan thành dạng huyền phù trong khoảng 1 min trước khi lọc và kiểm tra dịch lọc sau lần rửa thứ năm, thứ mười hoặc thứ mười lăm để chắc chắn không có mặt clorua. Trong thời gian 5 min tính từ khi thêm 10 ml dung dịch bạc nitrat trong axit nitric (4.1) vào 10 ml nước rửa, nước rửa phải trong. Ngừng rửa ngay khi kiểm tra thấy không có mặt clorua.

Sấy chén lọc và lượng chứa trong chén trong tủ sấy (5.2) được kiểm soát nhiệt độ ở $110\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong 1 h, để nguội trong bình hút ẩm (5.3) rồi cân chính xác đến 0,1 mg. Lặp lại thao tác này cho đến khi chênh lệch giữa hai lần cân không quá 0,2 mg.

CHÚ THÍCH: Nếu chất không tan quá mịn làm tắc bộ lọc thì lặp lại phép xác định, trong đó, sau khi cho 350 ml nước thì thêm 1,5 g chất trợ lọc (kizengua) có cấp tinh khiết phân tích, được cân chính xác đến 0,1 mg. Chất trợ lọc phải có cỡ hạt tối thiểu 15 μm và trước khi sử dụng phải được làm khô ở nhiệt độ khoảng $110\text{ }^{\circ}\text{C}$ đến khối lượng không đổi.

7.3 Chuẩn bị dung dịch chính để dùng cho các phép xác định khác (dung dịch A)

Chuyển định lượng dịch lọc thu được, sau khi lọc và rửa chất không tan, sang bình định mức một vạch dung tích 1 000 ml. Pha loãng đến vạch và trộn.

Bảo quản dung dịch này để dùng cho các phép xác định khác.

8 Biểu thị kết quả

8.1 Phương pháp tính và công thức

Chất không tan trong nước, được biểu thị bằng phần trăm khối lượng, tính bằng công thức:

$$(m_1 - m_2) \times \frac{100}{m_0}$$

Trong đó

m_0 là khối lượng phần mẫu thử, tính bằng gam (g);

m_1 là khối lượng chén lọc và chất không tan, tính bằng gam (g);

m_2 là khối lượng chén lọc, tính bằng gam (g).

CHÚ THÍCH: Nếu sử dụng chất trợ lọc, thì phải trừ khối lượng của nó từ m_1 (xem Chú thích trong 7.2).

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) | | 0,001 | 0,044 |
| Độ lệch chuẩn | đối với độ lặp lại (σ_r) | 0,000 5 | 0,002 |
| | đối với độ tái lập (σ_R) | 0,000 8 | 0,008 |

9 Trường hợp đặc biệt: Xác định chất không tan trong axit

9.1 Nguyên tắc

Hòa tan phần mẫu thử trong môi trường axit. Lọc, sấy rồi cân phần không tan.

Pha loãng dịch lọc để tạo thành dung dịch chính (dung dịch B) để dùng cho các phép xác định khác, trừ phép xác định clorua.

9.2 Thuốc thử

Ngoài việc sử dụng nước, cần sử dụng các loại thuốc thử sau đây:

9.2.1 Dung dịch chuẩn axit clohydric, 1 N (1 M).

9.2.2 Dung dịch chuẩn natri hydroxit, 1 N (1 M).

9.2.3 Dung dịch metyl da cam, 0,5 g/l.

9.3 Thiết bị, dụng cụ

Xem Điều 5.

9.4 Lấy mẫu và số lượng mẫu.

Xem Điều 6.

9.5 Cách tiến hành

9.5.1 Phần mẫu thử

Cân hai phần mẫu thử, mỗi phần $100 \text{ g} \pm 0,1 \text{ g}$, chính xác đến 0,01 g.

9.5.2 Xác định kiểm tổng số

Cho phần mẫu thử thứ nhất (9.5.1) vào cốc có mỏ dung tích 600 ml. Thêm 300 ml nước và 50,00 ml dung dịch chuẩn axit clohydric (9.2.1). Đun đến sôi và để sôi trong khoảng 10 min rồi làm nguội đến khoảng 20 °C. Chuyển định lượng vào bình định mức một vạch dung tích 500 ml, pha loãng đến vạch và trộn.

Lọc hơn 100 ml dung dịch qua giấy lọc gấp nếp loại mịn và loại bỏ phần dịch lọc đầu tiên. Dùng pipet lấy 100 ml dịch lọc cho vào bình nón dung tích 250 ml. Thêm ba giọt dung dịch chuẩn metyl da cam (9.2.3) và chuẩn độ ngược bằng dung dịch natri hydroxit (9.2.2) đến khi chuyển màu từ đỏ sang vàng. Ghi lại thể tích của dung dịch natri hydroxit đã sử dụng (V).

9.5.3 Xác định

Cho phần mẫu thử thứ hai (9.5.1) vào cốc có mỏ dung tích 600 ml. Thêm 300 ml nước, $(50 - 5V + x)$ ml¹⁾ dung dịch chuẩn axit clohydric (9.2.1) và pha loãng đến khoảng 350 ml. Tiến hành như quy định trong 7.2, bắt đầu từ câu thứ hai “Vừa đun vừa khuấy trong 10 min cho đến vừa gần sôi ...”.

9.5.4 Chuẩn bị dung dịch chính để xác định (dung dịch B).

Tiến hành như quy định trong 7.3 nhưng dùng dịch lọc axit.

9.6 Biểu thị kết quả

Chất không tan trong axit, được tính bằng phần trăm khối lượng, tính bằng Công thức trong 8.1.

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.

¹⁾ Các giá trị của x theo sự thỏa thuận của các bên có liên quan.