

XÀ PHÒNG BÃNH	TCVN 1557-91
Phương pháp thử	Soát xét lần
Laundry soap	thứ nhất
Methods test	-----
	Khuyến khích
	áp dụng

Tiêu chuẩn này thay thế cho TCVN 1557 - 74.

Tiêu chuẩn này qui định cách lấy mẫu, phương pháp xác định các chỉ tiêu cảm quan, lý, hóa cho xà phòng giặt và xà phòng tắm dạng bánh sản xuất từ hỗn hợp dầu mỡ động thực vật và các loại axit béo tổng hợp.

### 1. LẤY MẪU

1.1. Chất lượng xà phòng được xác định trên cơ sở kết quả phân tích mẫu trung bình lấy ở mỗi lô hàng.

1.2. Lô hàng là lượng xà phòng sản xuất cùng một ca ở cùng một nhà máy, đóng trong thùng một loại bao bì, có cùng một giấy chứng nhận chất lượng và cùng giao nhận một lúc.

1.3. Trước khi lấy mẫu, phải kiểm tra xem bao bì có đúng với qui định về bao gói và ghi nhãn không.

1.4. Lấy mẫu ở 3% số hòm đựng, đối với lô hàng xà phòng giặt và 4% đối với lô hàng xà phòng tắm, nhưng không được nhỏ hơn 4 hòm đối với lô hàng nhỏ. Lấy mẫu ban đầu ở các hòm được chỉ định lấy mẫu, mỗi hòm lấy 2% số bánh tại các vị trí khác nhau.

1.5. Lấy từ mẫu ban đầu 10 bánh đối với xà phòng giặt, và 20 bánh đối với xà phòng tắm, để xác định các chỉ tiêu cảm quan, khối lượng bánh và lập mẫu trung bình.

Lập mẫu trung bình bằng cách cắt đôi từng bánh xà

phòng lấy ở mỗi bánh một nửa, bào thành phóc mỏng, bỏ vào chung lại, trộn đều và dàn thành lớp phẳng hình chữ nhật dày không quá 5cm. Chia mẫu theo hai đường chéo, bỏ bớt hai phần đối diện, trộn đều hai phần còn lại và tiếp tục chia như trên cho đến lúc lượng mẫu còn lại ở hai phần đối diện khoảng 500 - 600g thì dừng lại. Cho mẫu vào lọ thủy tinh miệng rộng có nút mài để phân tích các chỉ tiêu lý, hóa.

## 2. QUY ĐỊNH CHUNG

2.1. Nước cất dùng khi phân tích phải phù hợp với TCVN 2117 - 77.

2.2. Khi tiến hành phân tích hóa học phải dùng loại hóa chất tinh khiết phân tích (TKPT).

## 3. PHƯƠNG PHÁP THỬ

3.1. Xác định chỉ tiêu cảm quan

3.1.1. Xác định dạng bên ngoài bằng cách quan sát xem bánh có đều đặn, bờ, có vết rạn nứt và có màu xám đen không.

3.1.2. Xác định trạng thái bên trong và mùi

Dùng dao sắc cắt đôi bánh xà phòng, chú ý xem phần trong bánh có đều màu và bị phân lớp hay không. Mùi xà phòng cũng được xác định ngay sau khi cắt.

3.2. Xác định các chỉ tiêu lý, hóa .

3.2.1. Xác định khối lượng bánh xà phòng

Cân mỗi bánh xà phòng ba lần với độ chính xác đến 0,1g. Khối lượng trung bình của bánh xà phòng là trung công kết quả của phép cân.

3.2.2. Xác định độ cứng

## 3.2.2.1. Dụng cụ

Máy đo độ cứng kim Vi-ca .

## 3.2.2.2. Tiến hành thử

Cho trục nén tiếp xúc với mặt phẳng đề máy và điều chỉnh vạch chỉ thị về vị trí 0 .

Đặt mẫu vào khuôn nhựa, dùng thước chỉ cắt hai phần mẫu thừa ra, sao cho mặt cắt là những mặt phẳng trùng với mặt khuôn nhựa.

Mở khóa, nâng trục nén lên, đồng thời đặt khuôn nhựa, có mẫu vào đề máy sao cho tâm khuôn nhựa trùng tâm với tâm trục nén và từ từ hạ trục nén xuống cho tiếp xúc với mẫu, ghi lấy giá trị ( $L_1$ ) trên thước đo. Sau đó, nâng trục nén lên đề vạch chỉ thị trùng với vạch chia cuối cùng của thước đo (vạch có giá trị chia lớn nhất) mở khóa, thả trục nén xuống, ghi lấy giá trị ( $L_2$ ) trên thước đo.

Độ cứng của xà phòng là hiệu số giữa hai giá trị  $L_1$  và  $L_2$  tính bằng mm.

Trường hợp không có máy Vi-ca, cho phép dùng các dụng cụ khác, đã được các bên hữu quan thỏa thuận, để xác định độ cứng.

## 3.2.3. Xác định hàm lượng axit béo

## 3.2.3.1. Nguyên tắc

Dùng axit vô cơ mạnh phân hủy xà phòng để giải phóng các axit béo và muối. Tách các axit béo bằng dung môi hữu cơ, sấy và cân.

## 3.2.3.2. Dụng cụ và thuốc thử

Bếp cách thủy ;

Bình cầu đáy bằng, dung tích 250ml ;

Cân phân tích ;

Cốc thủy tinh, dung tích 250ml ;

Phễu chiết, dung tích 500ml, ba cái ;  
Tủ sấy có nhiệt kế điều chỉnh được nhiệt độ đến  
128°C ;  
Axit clohidric, dung dịch 10% ;  
Ete etylic ;  
Metyla da cam, dung dịch 0,1% trong nước ;  
Natri clorua, dung dịch 10% ;  
Natri sunfat khan .

### 3.2.3.3. Tiến hành thử

Cân khoảng 5g xà phòng với độ chính xác đến 0,001g hòa tan lượng cân vào 60ml nước cất ở 80 - 90°C, làm nguội dung dịch đến khoảng 40°C thêm 5 giọt chỉ thị metyla da cam, dùng dung dịch axit clohidric 20% trung hòa đến khi toàn bộ dung dịch có màu hồng.

Chuyển dung dịch trên vào chiết số 1, thêm vào phễu 50ml ete etylic .

Tráng cốc bốn lần, hai lần dùng nước cất, mỗi lần 25ml, một lần axit clohidric 20% (5ml) và cuối cùng dùng 25ml ete etylic để tráng, và ete sau mỗi lần tráng đều cho vào phễu chiết số 1. Lắc nhẹ lượng chứa trong phễu chiết số 1 bằng cách quay tròn, để yên phễu chiết cho phân làm hai lớp. Tháo lớp nước ở dưới vào phễu chiết số 2.

Thêm 15ml ete etylic vào phễu chiết số 2, và cũng sử lý như trên. Tháo lớp nước ở dưới vào phễu số 3. Chuyển phần ete ở phễu chiết số 2 sang phễu chiết số 1, dùng ete etylic (khoảng 15ml) tráng sạch phễu chiết số 2, chuyển sang phễu chiết số 3 và tiếp tục chiết như trên (giữ lại lớp nước sau khi tháo ra để xác định hàm lượng natri silicat theo điều 3.2.5). Phần ete ở phễu chiết số 3 cũng gộp chung vào phễu số 1. Dùng 20ml ete etylic tráng sạch phễu chiết số 3 và gộp vào phễu chiết số 1.

Rửa phần ete ở phễu chiết số 1 có chứa axit béo bằng dung dịch natri clorua 10% cho đến phản ứng trung bình (thử với metylen da cam).

Sau đó, lọc phần ete đã rửa qua giấy lọc, có khoảng 5g natri sunfat khan vào bình cầu đã cân. Dùng ete etylic rửa sạch phễu chiết số 1 và giấy lọc. Cát thu hồi ete etylic trên bếp cách thủy. Sau khi cất thu hồi ete, đem sấy bình cầu ở 70°C. Sau đó, lấy ra làm nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng. Đem cân bình cầu có chứa các axit béo với độ chính xác đến 0,001g

Quá trình sấy kết thúc, nếu hiệu số khối lượng giữa hai lần cân không chênh lệch quá 0,002g.

#### 3.2.3.4. Tính kết quả

Hàm lượng các axit béo ( $X_1$ ) tính bằng phần trăm theo công thức :

$$X_1 = F \cdot \frac{m_1 \cdot 100}{m}$$

trong đó :

F - Tỷ số khối lượng trung bình của bánh xà phòng với khối lượng danh nghĩa của bánh xà phòng;

$m_1$  - Khối lượng các axit béo sau khi sấy, tính bằng g ;

m - Khối lượng mẫu đem phân tích, tính bằng g.

#### 3.2.4. Xác định hàm lượng natri hidroxit (kiểm tự do)

##### 3.2.4.1. Nguyên tắc

Dùng dung dịch axit clohidric đã biết nồng độ để chuẩn lượng kiểm tự do trong mẫu với chỉ thị ferolfalein.

##### 3.2.4.2. Dụng cụ và thuốc thử

Bếp cách thủy ;

Bình nón, dung tích 250ml ;  
Cân phân tích ;  
Buret, dung tích 25ml ;  
Ống làm lạnh hồi lưu dài 60 - 80cm ;  
Axit clohidric, dung dịch 0,1N và 0,01N ;  
Bari clorua trung tính, dung dịch 10% ;  
Fenolftalein, dung dịch 1% trong rượu etylic ;  
Rượu etylic, dung dịch 75% .

#### 3.2.4.3. Tiến hành thử

Cân khoảng 5g xà phòng với độ chính xác đến 0,001g trong bình nón, thêm vào 100ml rượu etylic 75% (rượu đã được trung hòa bằng dung dịch natri hidroxit 0,001N với chỉ thị fenolftalein).

Nối bình nón với ống làm lạnh hồi lưu, đun trên bếp cách thủy cho đến khi tan hết xà phòng, sau đó thêm vào bình nón 25ml dung dịch bari clorua 10% và tiếp tục đun nhẹ .

Không lọc kết tủa, vừa lắc, vừa dùng dung dịch axit clohidric 0,1N chuẩn với chỉ thị fenolftalein đến chuyển màu.

Trong trường hợp xà phòng có màu, phải tiến hành chuẩn độ theo mẫu so sánh.

#### 3.2.4.4. Tính kết quả

Hàm lượng natri hidroxit (kiềm tự do), ( $X_2$ ) tính bằng phần trăm theo công thức:

$$X_2 = F \cdot \frac{V.K. 0,004. 100}{m}$$

trong đó :

F - Tỷ số khối lượng trung bình của bánh xà phòng với khối lượng danh nghĩa của bánh xà phòng ;

V - Lượng dung dịch axit clohidric 0,1N tiêu tốn trong khi chuẩn độ, tính bằng ml ;

K - Hệ số điều chỉnh qua dung dịch axit clohidric về đúng 0,1N ;

0,004 - Lượng natri hidroxit (kiểm tự do) tương ứng với 1ml dung dịch axit clohidric 0,1N, tính bằng g ;

m - Khối lượng mẫu đem phân tích, tính bằng g.

Kết quả cuối cùng là trung bình cộng của kết quả hai phép xác định song song.

Kết quả xác định được với độ chính xác đến 0,01%.

### 3.2.5. Xác định hàm lượng natri silicat

#### 3.2.5.1. Nguyên tắc

Dùng axit clohidric phân hủy natri silicat để giải phóng axit silixic, sấy nung, và cân.

#### 3.2.5.2. Dụng cụ và thuốc thử

Bát sứ, dung tích 250ml ;

Chén nung ;

Lò nung có nhiệt độ đến 1200°C ;

Đũa thủy tinh ;

Ống đồng, dung tích 25 và 100ml ;

Phễu lọc và giấy lọc định lượng không tro ;

Tủ sấy ;

Axit clohidric đậm đặc ( $d = 1,19$ ) ;

Metyla da cam, dung dịch 0,1%.

#### 3.2.5.3. Tiến hành thử

Đem cô phần dung dịch lấy được ở điều 3.2.3.3 trên bếp cách thủy cho đến khi còn khoảng 30ml, thêm 15ml axit clohidric đậm đặc ( $d=1,19$ ) khuấy và đun cho đến khô. Lập lại quá trình này một lần nữa, để nguội rồi cho thêm vào 10ml axit clohidric đậm đặc, 50ml nước cất nóng, đun sôi nhẹ trong vài phút, để nguội bớt, lọc qua giấy lọc định lượng bằng vàng, dùng nước cất nóng rửa sạch kết tủa đến

hết phản ứng của ion clo (thử với dung dịch bạc nitrat). sấy khô kết tủa và chuyển giấy lọc có kết tủa vào chén nung (đã nung và cân đến khối lượng không đổi. Đem nung từ từ đến 800 - 900°C) và giữ nhiệt đó trong khoảng 1 giờ. Lặp lại quá trình nung 15 phút, làm nguội và cân đến khối lượng không đổi.

#### 3.2.5.4. Tính kết quả

Hàm lượng silic dioxit ( $X_3$ ), tính bằng phần trăm theo công thức :

$$X_3 = F \cdot \frac{m_1 \cdot 100}{m} ,$$

trong đó :

F - Tỷ số khối lượng trung bình của bánh xà phòng với khối lượng danh nghĩa của bánh xà phòng;

$m_1$  - Lượng cân sau khi nung, tính bằng g ;

m - Lượng mẫu đem phân tích, tính bằng g.

Chú thích. Nếu tính ra hàm lượng natri silicat phải nhân với hệ số 2,03 - hệ số tính chuyển silic dioxit ra natri silicat.

#### 3.2.6. Xác định hàm lượng natri cacbonat

##### 3.2.6.1. Nguyên tắc

Dùng axit mạnh chuẩn tổng lượng bazơ có trong mẫu thử với chỉ thị fenolftalin và tính toán để xác định hàm lượng natri cacbonat.

##### 3.2.6.2. Dụng cụ và hóa chất

Bếp cách thủy ;

Bình nón, dung tích 250ml ;

Buret chia độ đến 0,1ml ;

Ống làm lạnh hồi lưu dài 60 - 80cm ;

Axit clohidric, dung dịch 0,05N ;

Fenolftalin, dung dịch 0,1% trong rượu etylic;

Rượu etylic 75% ..



## 3.2.6.3. Tiến hành thử

Cân khoảng 5gam xà phòng với độ chính xác đến 0,001g, cho vào bình nón dung tích 250ml thêm 100ml rượu etylic 75%. Lắp ống lạnh hồi lưu vào vào bình nón, đun trên bếp cách thủy cho tan hết xà phòng. Sau khi hòa tan, làm nguội dung dịch đến nhiệt độ phòng, thêm 3 - 4 giọt dung dịch chỉ thị phenolftalein, lắc đều. Dùng buret đựng dung dịch axit clohidric 0,05N chuẩn đến khi mất màu hồng.

## 3.2.6.4. Tính kết quả

Hàm lượng natri cacbonat ( $X_4$ ) tính bằng phần trăm, theo công thức :

$$X_4 = F \cdot 2,65 \left( \frac{V - \frac{N \cdot M}{m} \cdot 100}{m \cdot 1000} - X_2 \right),$$

trong đó :

F - Tỷ số khối lượng trung bình của bánh xà phòng với khối lượng danh định của bánh xà phòng ;

V - Lượng axit clohidric 0,05N tiêu tốn trong phép chuẩn tính bằng ml ;

N - Nồng độ đương lượng của axit clohidric ;

M - Đương lượng gam của natri hidroxit, tính bằng g ;

m - Khối lượng mẫu thử, tính bằng g ;

$X_2$  - Hàm lượng kiềm tự do, tính bằng phần trăm, được xác định theo 3.2.4 ;

2,65 - Hệ số chuyển từ natri hidroxit cacbonat.

3.2.7. Xác định tổng hàm lượng các chất hữu cơ không bị xà phòng hóa và các chất béo chưa xà phòng hóa.

## 3.2.7.1. Nguyên tắc

Dùng ete petrola tách các chất hữu cơ và các chất béo không bị xà phòng hóa trong xà phòng, sấy và cân.

## 3.2.7.2. Dụng cụ và thuốc thử

Ống dung dung tích 100 ml ;  
Phễu chiết, dung tích 500 ml ;  
Tủ sấy ;  
Ete petrola, phần sôi trong khoảng 35 - 50°C ;  
Natri sunfat khan ;  
Etanola, dung dịch 60% ;  
Fenolftalein, dung dịch 0,1% trong etanola.

### 3.2.7.3. Tiến hành thử

Cân 10 - 15 mẫu xà phòng với độ chính xác đến 0,001g.  
Hòa tan mẫu vào 75 - 100 ml etanola 60%, chuyển toàn bộ dung dịch vào phễu chiết số 1. Dùng etanola 60% tráng cốc đổ rượu trong cốc vào phễu chiết số 1 và thêm vào phễu đó 150ml ete petrola, lắc mạnh một vài phút, để yên sau khi tách lớp, tháo lớp dưới vào phễu số 2 và lại xử lý tiếp với 50ml ete petrola nữa. Sau khi tách lớp dưới, chuyển phần ete petrola vào phễu chiết số 1. Dùng nước cất rửa phần ete petrola trong phễu số 1 cho đến khi sạch xà phòng (nước rửa đem pha loãng và đun nóng nếu không xuất hiện màu hồng với các chỉ thị fenolftalein là được).

Lọc phần ete petrola sau khi rửa qua phễu có 5g natri-sunfat khan vào bình cầu đã biết khối lượng. Dùng ete petrola rửa sạch phễu chiết số 1. Gộp các phần nước rửa này vào bình cầu.

Đem cất thu hồi ete petrola trên bếp cách thủy. Sấy phần còn lại trong bình cầu ở nhiệt độ 73-75°C cho đến khối lượng không đổi.

Quá trình sấy kết thúc nếu hiệu số khối lượng giữa hai lần cân liên tiếp không vượt quá 0,002g.

### 5.2.7.4. Tính kết quả

Tổng hàm lượng các chất hữu cơ không bị xà phòng hóa và các chất béo chưa xà phòng hóa so với hàm lượng axit béo trong bánh xà phòng ( $X_2$ ), tính bằng phần trăm theo công thức:

$$X_5 = \frac{m_1 \cdot 100}{m \cdot X_1},$$

trong đó :

$m_1$  - Lượng cân còn lại trong bình cầu sau khi sấy  
tính bằng g ;

$m$  - Lượng mẫu đem phân tích, tính bằng g ;

$X_1$  - Hàm lượng axit xác định theo điều 3.2.3.4

Chú thích. Sau khi cân phải giữ bình cầu có lượng  
cân lại để xác định hàm lượng các chất hữu cơ không bị xà  
phòng hóa theo điều 3.2.8.

3.2.8. Xác định hàm lượng các chất hữu cơ không bị  
xà phòng hóa.

#### 3.2.8.1. Dụng cụ và thuốc thử

Bếp cách thủy ;

Bình cầu đáy bằng, dung tích 250ml ;

Buret, dung tích 25ml ;

Cân phân tích ;

Ống làm lạnh hồi lưu, dài 60 - 80cm ;

Phễu chiết, dung tích 250ml và 500ml ;

Tủ sấy ;

Ete petrola phần sôi trong khoảng 35 - 55°C ;

Kali hidroxit, dung dịch 0,1N trong cetyllic.

#### 3.2.8.2. Tiến hành thử

Hòa tan oxi ở điều 3.2.7 vào 25ml dung dịch kali  
hidroxit 0,5N trong nước. Nối bình cầu với ống làm lạnh  
hồi lưu, đem đun trên bếp cách thủy một giờ. Chuyển dung  
dịch xà phòng thu được vào phễu chiết số 1. Quay tròn phễu  
chiết nhiều lần, để yên cho phân làm hai lớp, tháo 1 ó p  
dưới sang phễu số 2 và lại xử lý với 25ml ete petrola nữa.  
Khi đã phân làm 2 lớp dưới, chuyển phần ete petrola sang

phễu chiết số 1. Dùng 25ml ete petrola trắng phễu chiết số 2 và gộp vào phễu chiết số 1. Chuyển hết phần ete petrola thu được ở phễu chiết số 1 vào bình cầu đã biết khối lượng, đem cất thu hồi ete petrola trên bếp cá c h thủy. Sau đó, sấy trong tủ sấy ở nhiệt độ 73 - 75°C cho đến khối lượng không đổi.

### 3.2.8.3. Tính kết quả

Hàm lượng các chất hữu cơ không bị xà phòng hóa so với axit béo trong bánh xà phòng ( $X_6$ ), tính theo công thức :

$$X_6 = \frac{m_1 \cdot 100}{m \cdot X_1} ,$$

trong đó :

$m_1$  - Lượng cân còn lại trong bình cầu sau khi sấy, tính bằng g ;

$m$  - Lượng mẫu đem phân tích, tính bằng g ;

$X_1$  - Hàm lượng axit béo xác định theo 3.2.3.4.

### 3.2.9. Xác định hàm lượng các chất béo chưa xà phòng hóa

Hàm lượng các chất béo (dầu mỡ động thực vật) chưa xà phòng hóa so với xà phòng ( $X_7$ ) tính bằng phần trăm theo công thức :

$$X_7 = X_5 - X_6 ,$$

$X_5$  và  $X_6$  - xem phần công thức ở điều 3.2.7.4 và 3.2.8.3.

### 3.2.10. Xác định nhiệt độ đông đặc của các axit béo tách ra từ xà phòng

#### 3.2.10.1. Dụng cụ và thuốc thử

Dụng cụ xác định nhiệt độ đông đặc - dụng cụ Vôn-Bai

Đồng hồ bấm dây ;

Ống xi phong ;

Tủ sấy ;

Axit clohidric, dung dịch 30% ;

Metyla da cam, dung dịch 0,1% .

### 3.2.10.2. Chuẩn bị axit béo

Dùng cân kỹ thuật cân một lượng xà phòng để thu được 30 gam axit béo. Hòa tan lượng cân vào 400ml nước cất nóng. Dùng axit clohidric 30% phân hủy xà phòng với 2 - 3 giọt chỉ thị metyla da cam, cho tới khi toàn bộ dung dịch có màu hồng thì dừng lại.

Đun nóng dung dịch trên bếp cách thủy 15 - 20 phút. Dùng ống xi phông rút lớp dung dịch axit ra. Sau đó dùng nước cất nóng rửa phần axit béo cho đến phản ứng trung tính (thử nước rửa với chỉ thị metyla da cam).

Sau khi rửa chuyển toàn bộ lượng axit béo sang một cốc khô khác và đem sấy trong tủ sấy ở nhiệt độ cao hơn nhiệt độ đông đặc của các axit béo từ 10 - 15°C. Khi các axit béo đã nóng chảy tiến hành lọc các axit béo qua giấy lọc một cốc khô khác.

Một phần axit béo được giữ lại để xác định chỉ số iốt theo điều 3.2.12.

### 3.2.10.3. Tiến hành thử

Cho axit béo vào dụng cụ xác định nhiệt độ đông đặc, đặt trong tủ sấy, sao cho mức axit béo không đến vít của dụng cụ mà cách khoảng 1,5 + 2,0cm. Lấy dụng cụ ra khỏi tủ sấy, dùng nút... có cảm nhiệt kế ở giữa đặt lại. Hạ nhiệt kế xuống gần đáy và dùng nhiệt kế khuấy axit béo cho đến khi xuất hiện vân đục, nâng nhiệt kế lên sao cho bầu thủy ngân của nhiệt kế ở giữa khối axit béo. Đặt dụng cụ lên bàn cứ sau 30 giây ghi lấy sự biến đổi nhiệt độ một lần. Lúc đầu nhiệt độ giảm xuống, sau đó giữ nguyên một thời gian hay tăng một chút rồi giữ nguyên suốt thời gian đông

đặc và lại hạ thấp dần .

Ghi nhiệt độ cao nhất, giữ nguyên trong suốt thời gian các axit béo đông đặc lại, nhiệt độ này được xem là nhiệt độ đông đặc.

Lập lại thí nghiệm trên, nếu kết quả của các phép xác định song song không chênh lệch nhau quá  $0,4^{\circ}\text{C}$  là được.

### 3.2.11. Xác định hàm lượng natri clorua

#### 3.2.11.1. Nguyên tắc

Dùng dung dịch bạc nitrat đã biết nồng độ chuẩn clorua trong mẫu với chỉ thị kali cromat.

#### 3.2.11.2. Dụng cụ và thuốc thử

Bếp cách thủy ;

Bình nón, dung tích 500ml và 1000ml ;

Cốc thủy tinh, dung tích 500ml ;

Axit sunfuric, dung dịch 1N ;

Bạc nitrat, dung dịch 0,1N ;

Canxi cacbonat tinh thể ;

Magie nitrat, dung dịch 20% ;

Kali cromat, dung dịch 5% .

#### 3.2.11.3. Chuẩn bị dung dịch chỉ thị kali cromat

Cân 5g kali cromat hòa tan trong 30ml nước cất nóng, để nguội, thêm dung dịch bạc nitrat 0,1N vào cho đến lúc tạo thành kết tủa đỏ nhạt. Sau đó, lọc kết tủa và dùng nước cất pha loãng dịch lọc đến 100ml.

#### 3.2.11.4. Tiến hành thử

Cân khoảng 5g mẫu với độ chính xác đến 0,001g trong cốc thủy tinh, thêm vào 300ml nước cất và đun trên bếp cách thủy cho tan hoàn toàn mẫu.

Làm nguội dung dịch trong cốc, đồng thời thêm khoảng 25ml dung dịch magie nitrat 20% (cho dư) để chuyển thành

xà phòng không tam, dùng dũa thủy tinh khuấy đều, để yên và lọc vào bình nón. Rửa kết tủa trên giấy lọc bằng nước cất cho đến hết ion clo (thử với dung dịch bạc nitrat). Làm nguội dung dịch trong bình nón đến nhiệt độ phòng và trung hòa bằng dung dịch axit sunfuric 1N với chỉ thị phenolftalein (lượng dư axit sunfuric không quá một giọt). Sau đó cứ 100ml dung dịch thêm vào 1ml dung dịch chỉ thị kali cromat và dùng dung dịch bạc nitrat 0,1N chuẩn cho đến khi xuất hiện màu đỏ gạch bền vững.

Đồng thời tiến hành một phép xác định mẫu trắng. Muốn vậy cho vào một bình nón khác 300ml nước cất 25ml dung dịch magiê nitrat 20%, một lượng nước cất đúng bằng lượng nước cất rửa mẫu thử và thêm chỉ thị phenolftalein. Sau đó, vừa lắc vừa thêm từ từ một lượng canxi cacbonat vào cho đến lúc dung dịch cũng vẫn đục như khi chuẩn mẫu thử. Tiếp tục dùng dung dịch nitrat bạc 0,1N chuẩn cho đến lúc xuất hiện màu đỏ gạch như khi chuẩn bị mẫu thử.

### 3.2.11.5. Tính kết quả

Hàm lượng natri clorua ( $X_g$ ), tính bằng phần trăm theo công thức :

$$X_g = F \frac{(V - V_1) \cdot K \cdot 0,005845}{m} \cdot 100 ,$$

trong đó :

F - tỉ số khối lượng trung bình của bánh xà phòng với khối lượng danh nghĩa của bánh xà phòng ;

V - lượng dung dịch bạc nitrat 0,1N tiêu tốn khi chuẩn mẫu thử, tính bằng ml ;

$V_1$  - lượng dung dịch bạc nitrat 0,1N tiêu tốn khi chuẩn mẫu trắng, tính bằng ml ;

m - lượng mẫu lấy phân tích, tính bằng g ;