

**MUỐI ĂN (Natriclorua)****Phương pháp thử**Поваренная соль
методы испытанияSolar salt
Methods of test

TCVN

3973 - 84

Có hiệu lực
từ 1/1/1986

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

1. LẤY MẪU

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

Lô hàng muối là lượng muối cùng hạng, sản xuất theo cùng dây chuyền công nghệ, được giao nhận cùng một lần.

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

1.2. Lấy mẫu ban đầu

1.2.1. Gộp tất cả các mẫu ban đầu của lô hàng thành mẫu chung. Khối lượng mỗi mẫu ban đầu phải lấy sao cho khối lượng của mẫu chung không ít hơn 20 kg

1.2.2. Đối với muối rời đánh đồng, muối rời chứa kho, muối rời trên toa tàu.

Mẫu ban đầu được lấy trên ba đường rãnh trở lên đào sâu 0,5 m rộng 0,5 m, dùng xẻng thọc sâu từ trên xuống vào trong lớp muối (không cào ngang) tại 9 điểm phân bố đều dọc theo đường rãnh.

Tại các lô hàng lớn khoảng 1000t trở lên thì khoảng 20t lấy một mẫu phân bố đều theo chiều cao, và theo mặt cắt ngang của lô hàng, lấy kết hợp trong quá trình bốc dỡ muối.

1.2.3. Đối với muối rời trong thuyền, trong sà lan.

Mẫu ban đầu được lấy ba đợt khi dỡ hàng: lúc bắt đầu dỡ, sau khi dỡ được 1/4 và sau khi dỡ được 3/4 lô hàng - lấy 10 mẫu ở các vị trí khác nhau của thuyền hay xà lan.

Riêng thuyền 3 - 5t, lấy mỗi thuyền ba mẫu.

1.2.4. Đối với muối bao gói lớn hay đồng nhỏ

Mẫu ban đầu được lấy trong 3% số bao hay đồng nhưng không ít hơn 3bao hay đồng. Lấy theo kiểu chọn lựa phân đoạn tuần tự. Ví dụ lô hàng có 100 bao, lấy mẫu của các bao thứ 20, 50, 80 v.v...

1.3. Lấy mẫu trung bình

Trộn đều mẫu chung, rải đều trên mặt phẳng sạch thành hình vuông, chia hình vuông theo đường chéo thành bốn phần tam giác bỏ hai phần đối diện, trộn đều hai phần còn lại, lặp lại quá trình chia mẫu như trên đến khi lượng mẫu còn lại khoảng 1,5kg. Đó là mẫu trung bình.

Chia mẫu trung bình thành 3 phần bằng nhau cho vào lọ có nút kín hay túi pôlietylen hai lớp, hàn kín miệng, một mẫu chuyển đến phòng thí nghiệm để phân tích, một mẫu lưu để phân tích trọng tải, một mẫu lưu ở người giao hay nhận hàng.

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

Cơ quan phân tích trọng tải và nơi bảo quản mẫu trọng tải theo sự thỏa thuận giữa bên giao và bên nhận.

Chú thích :

1. Mẫu chung thường được chia tới khối lượng 1,5 kg (mẫu trung bình) để chia phần đều nhau ngay tại nơi lấy mẫu, trước khi đưa về phòng thí nghiệm.
2. Ở nơi nào có bốc dỡ muối bằng tay, máng trượt thì mẫu ban đầu được lấy khi muối rời khỏi đầu băng tải hay miệng máng trượt. Dùng khay có kích thước $0,6 \times 0,6$ m, sâu 0,05m hứng cắt ngang qua cùng lúc, dòng muối đang chảy đều. Khối lượng mẫu cũng lấy như trên.

1.4. Dụng cụ lấy mẫu

Tất cả các dụng cụ lấy mẫu đều bảo đảm khô, sạch, Dụng cụ lấy mẫu và đựng mẫu gồm có: dao con, khay men hoặc khay nhựa cứng $50 \times 50 \times 20$ cm, và $80 \times 80 \times 20$ cm nếu là khay gỗ phải có lót nylon, xẻng gỗ (giống như xẻng xúc cát, xẻng xúc muối trong sản xuất muối phơi cát, các lọ có nút kín, các túi Pôlietylen hai lớp có

kích thước 20×25 cm, dụng cụ khâu bao và hàn miệng túi, bao dầy hay bao cói hai lớp (lớp trong là nilon) đựng mẫu muối ban đầu.

2. PHƯƠNG PHÁP THỬ

Trùng tất cả các phép thử, dùng thuốc thử loại tinh khiết để phân tích.

2.1. Xác định màu sắc : Rải đều mẫu thử lên mặt phẳng sạch có màu trắng sao cho lớp muối dầy 1 cm ; quan sát màu sắc.

2.2. Xác định vị : Cân 5 g muối hòa tan trong 100 ml nước cất ở nhiệt độ phòng, nếm để xác định vị .

2.3. Xác định mùi : Cân 20 g muối, nghiền trong cối sứ để ở nhiệt độ phòng rồi ngửi để xác định mùi.

2.4. Xác định hàm lượng ẩm :

2.4.1. Dụng cụ chén sứ có nắp ;

– Máy sấy có thể sấy ở nhiệt độ 140°C .

2.4.2. Tiến hành thử : Sấy chén sứ có nắp ở nhiệt độ 140° làm nguội trong bình hút ẩm, cân chén, tiếp tục sấy chén tới khối lượng không đổi.

Cân khoảng 10 g muối, chính xác tới 0,01 g cho vào chén sấy. Sấy muối ở nhiệt độ $140 \pm 10^{\circ}\text{C}$ trong 3 giờ. Lấy chén ra, đập nắp, làm nguội trong bình hút ẩm rồi cân. Sấy tiếp 30 phút, cân cho tới khi chênh lệch giữa hai lần cân liên tiếp không quá 0,01 g.

2.4.3. Tính kết quả : Hàm lượng ẩm của muối tính bằng phần trăm (X_1) theo công thức :

$$X_1 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 ;$$

trong đó : m_1 : Khối lượng chén và muối trước khi sấy, tính bằng g ;

m_2 : Khối lượng chén và muối sau khi sấy, tính bằng g ;

m : lượng cân muối, tính bằng g.

2.5. Xác định hàm lượng không tan trong nước

2.5.1. Dụng cụ

Cân phân tích, độ chính xác 0,001g ;

Bình hút ẩm;

Giấy lọc.

2.5.2. Tiến hành thử.

Cân 25 g muối đã sấy khô (lấy muối đã sấy tới khối lượng không đổi) cho vào cốc có dung tích 400 ml, dùng 100 ml nước cất để hòa tan muối; Đun sôi dung dịch trong 10 phút, đặt nắp bình và đun tiếp trong 30 phút, để nguội tới nhiệt độ phòng. Tiến hành lọc trên phễu có giấy lọc (giấy lọc đã sấy khô và biết khối lượng). Tráng và rửa cốc thủy tinh, rửa thủy tinh nhiều lần bằng nước cất. Nước tráng và rửa được chuyển lên phễu lọc. Sau đó, tiến hành rửa chất không tan ngay trên giấy lọc nhiều lần bằng nước cất tới khi thử nước rửa bằng dung dịch bạc nitrat 0,1 N, không thấy kết tủa trắng của bạc clorua là được. Cho dung dịch lọc và rửa vào bình định mức có dung tích 500 ml, để nguội và thêm nước cất tới vạch mức, lắc đều và để dung dịch này để phân tích các ion.

Giấy lọc và chất không tan được chuyển vào kính đồng hồ, sấy ở nhiệt độ $105 \pm 2^{\circ}\text{C}$ trong 3 giờ, sau đó làm nguội trong bình hút ẩm, rồi cân, lặp lại quá trình trên cho tới khi chênh lệch giữa hai lần cân không quá 0,001 g.

2.5.3. Tính kết quả. Hàm lượng tạp chất không tan trong nước tính bằng phần trăm chất khô (X_2) theo công thức:

$$X_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \cdot 100$$

trong đó:

m_1 : Khối lượng giấy lọc và chất không tan đã sấy, tính bằng g;

m_2 : Khối lượng giấy lọc, tính bằng g;

m : lượng cân muối khô, tính bằng g.

Kết quả là trung bình cộng của hai 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 (AgNO_3) với chỉ thị kali Cromat K_2CrO_4 .

2.6.2. Thuốc thử và dụng cụ

Bạc nitrat, dung dịch 0,1 N;

Kali cromat, dung dịch 10 %;

Bình định mức 250 ml.

2.6.3. Tiến hành thử: Lấy 25 ml dung dịch muối từ bình định mức 500 ml (điều 2.5), cho vào bình định mức 250 ml, pha loãng bằng nước cất tới vạch mức, lắc đều. Lấy 25 ml dung dịch muối trong bình 250 ml cho vào bình tam giác có dung tích 150 ml, thêm 25 ml nước cất, thêm 5 - 10 giọt kali cromat dung dịch 10%, dung dịch có màu vàng nhạt. Chuẩn bằng dung dịch bạc nitrat 0,1 N, đến khi dung dịch chuyển sang màu đỏ bền.

2.6.4. Tính kết quả

Hàm lượng ion clo tính bằng phần trăm chất khô (X_3) theo công thức:

$$X_3 = \frac{0,00355 \cdot V \cdot 200}{m} \cdot 100;$$

trong đó:

0,00355: lượng ion clo ứng với 1 ml dung dịch AgNO_3 0,1 N, tính bằng g;

V: thể tích AgNO_3 0,1 N tiêu tốn khi chuẩn, tính bằng ml;

m: lượng cân, tính bằng g;

200: hệ số pha loãng $\left(\frac{25}{500} \times \frac{25}{250} = \frac{1}{200} \right)$.

Lấy kết quả trung bình cộng hai lần xác định song song. Chênh lệch kết quả giữa hai lần xác định song song nhỏ hơn 0,1%.

2.7. Xác định hàm lượng ion sunfat (SO_4^{--}) (phương pháp trọng tải).

2.7.1. Nguyên tắc. Phương pháp này dựa trên cơ sở kết tủa SO_4^{--} dưới dạng bari sunfat bằng bari clorua, trong môi trường axit, nung và cân kết tủa, từ đó tính ra hàm lượng SO_4^{--} .

2.7.2. Dụng cụ và thuốc thử

Axit clohydric, dung dịch 10% (pH = 5 - 6);

Bari clorua, dung dịch 10%;

Bạc nitrat, dung dịch 0,1 N;

Lò nung, có nhiệt độ nung $650 \pm 5^\circ\text{C}$.

2.7.3. Tiến hành thử

Lấy 100 ml nước muối trong bình định mức 500 ml (điều 2.5) cho vào cốc dung tích 200 ml, thêm 3 ml dung dịch HCl 10%, đun sôi đồng thời cũng đun 10 ml dung dịch BaCl_2 10% đến gần sôi, rồi cho dung dịch BaCl_2 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 BaCl_2 , thấy không kết tủa là được).

Tiến hành lọc kết tủa bằng giấy lọc dày, trước hết lọc phần trong phía trên kết tủa, rồi thêm 25 ml nước cất đun sôi vào cốc gạt lọc, làm như vậy 5 lần, sau đó chuyển hết kết tủa lên giấy lọc, tráng cốc và rửa kết tủa 5 lần bằng nước cất nóng cho tới khi nước lọc ra không có phản ứng clo (thử bằng AgNO_3 0,1 N) là được.

Lấy giấy lọc có kết tủa BaSO_4 ra khỏi phễu và đặt lên kính đồng hồ, tiến hành sấy ở nhiệt độ 105°C trong 1 giờ, sau đó, chuyển kết tủa vào chén nung (chén khô đã biết khối lượng) có nắp. Nung chén có kết tủa ở nhiệt độ $650 \pm 5^\circ\text{C}$ trong 1 giờ, làm nguội trong bình hút ẩm, rồi cân kết tủa, lặp lại quá trình nung, cân cho tới khi khối lượng chênh nhau dưới 0,001 g là được.

2.7.4. Tính kết quả. Hàm lượng sunfat tính bằng phần trăm chất khô (X_4) theo công thức:

$$X_4 = \frac{0,445 (m_1 - m_2) \cdot V}{m \cdot v}$$

trong đó:

0,445: hệ số chuyển từ BaSO_4 ra SO_4^{--} ;

m_1 : khối lượng chén nung có kết tủa tính bằng g;

m_2 : khối lượng chén nung không có kết tủa, tính bằng g;

m : lượng cân mẫu muối, tính bằng g;

V : dung tích bình định mức, tính bằng ml;

v : thể tích dung dịch hút từ bình định mức, tính bằng ml.

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

2.8. Xác định hàm lượng ion sunfat (SO_4^{--})

2.8.1. Nguyên tắc. Dùng lượng bari clorua dự để kết tủa ion sunfat SO_4^{--} của muối ở môi trường axit yếu (kết tủa BaSO_4)

Dùng Trilon B chuẩn các ion Ba^{++} dư, Mg^{++} và Ca^{++} trong môi trường có $\text{NH}_4\text{OH} - \text{NH}_4\text{Cl}$ ($\text{pH} = 10$) chất chỉ thị là Eriocrom T đen và mêtyla đỏ.

Đồng thời cũng dùng Trilon B để chuẩn lượng dung dịch BaCl_2 đã dùng, chuẩn ion Ca^{++} , Mg^{++} của nước muối, có môi trường và chất chỉ thị như trên.

Từ ba lần chuẩn sẽ tính được hàm lượng ion SO_4^{--} .

2.8.2. Dụng cụ và thuốc thử:

Dung dịch trilon B, 0,025 M;
 Bari clorua, dung dịch 0,05 M;
 Dung dịch đậm $\text{NH}_4\text{OH} - \text{NH}_4\text{Cl}$, pH = 10;
 Dung dịch chỉ thị ET00 0,5 %;
 Mêtyla đỏ, dung dịch 0,2 %;
 Axit clohydric đậm đặc;
 Buret.

2.8.3. Tiến hành thử

Lấy 20 ml dung dịch nước muối trong bình định mức 500 ml (điều 2.5) cho vào bình tam giác 250 ml, thêm 30 ml nước cất, 1 giọt dung dịch HCl đậm đặc, vừa lắc dung dịch vừa thêm 5 ml dung dịch BaCl_2 khi có kết tủa trắng thì để yên dung dịch 1 - 2 phút, rồi thêm 2 ml dung dịch đậm $\text{NH}_4\text{OH} - \text{NH}_4\text{Cl}$ và 10 giọt ET00, 10 giọt mêtyla đỏ. Dùng dung dịch trilon B chuẩn đến khi dung dịch chuyển từ màu đỏ sang màu tro; rồi sang xanh lá cây, thì dừng lại; ghi lượng trilon B đã dùng (V_1).

Lấy 20 ml dung dịch nước muối trong bình định mức 500 ml (điều 2.5) cho vào bình tam giác 250 ml, lần lượt thêm 30 ml nước cất, 2 ml dung dịch đậm, 4 giọt ET00, 3 giọt mêtyla đỏ và chuẩn bằng dung dịch trilon B cho tới khi dung dịch chuyển màu như lần trước. Ghi lấy lượng trilon B đã dùng (V_2).

Lấy 5 ml dung dịch BaCl_2 cho vào bình tam giác, cho thêm nước cất để được 50 ml, lần lượt thêm 2 ml dung dịch đậm $\text{NH}_4\text{OH} - \text{NH}_4\text{Cl}$, 4 giọt ETOO và 3 giọt metyla đỏ, chuẩn bằng dung dịch trilon B cho đến khi chuyển màu như hai lần trước, ghi lại lượng trilon B đã dùng (V_3).

2.8.4. Tính kết quả

Hàm lượng ion SO_4^{--} tính bằng phần trăm chất khô (X_4) theo công thức

$$X_4 = \frac{96.25.(V_3 + V_2 - V_1).M.100}{100.m}$$

trong đó:

96: phân tử lượng ion SO_4^{--} ;

25: hệ số pha loãng $\left(\frac{20}{500}\right)$;

V_1 : thể tích trilon B chuẩn lần thứ nhất (chuẩn lượng Mg^{++} , Ca^{++} và Ba^{++} dư) tính bằng ml,

V_2 : thể tích trilon B dùng lần thứ hai (chuẩn lượng Ca^{++} , Mg^{++}), tính bằng ml;

V_3 : thể tích Trilon B dùng lần thứ ba (chuẩn lượng 5 ml dung dịch $BaCl_2$), tính bằng ml;

M: nồng độ phân tử trilon B;

m: lượng cân mẫu muối, tính bằng g.

Kết quả cuối cùng là trung bình cộng giữa hai lần xác định song song, chênh lệch kết quả giữa hai lần xác định song song nhỏ hơn 0,5%.

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

2.9.1. Nguyên tắc:

Trong dung dịch nước muối có pH = 12 chất chỉ thị Canxein kết hợp với ion canxi xuất hiện màu đỏ. Khi có trilon B trong dung dịch, nó sẽ tạo thành phức chất với canxi và đẩy canxein ra ở dạng tự do, dung dịch chuyển sang màu vàng ánh xanh. Căn cứ vào lượng trilon B tiêu hao, sẽ xác định được hàm lượng canxi trong dung dịch.

2.9.2. Dụng cụ và thuốc thử.

Trilon B, dung dịch 0,01 N;

Dung dịch chất chỉ thị canxein 0,5%;

Natri hydroxyt, dung dịch 1N;

Buret.

2.9.3. Tiến hành thử:

Lấy 20 ml dung dịch muối trong bình định mức 500 ml (điểm 2.5), thêm 30 ml nước cất, 5 ml NaOH 1N, 1 giọt canxein 0,5% Tiến hành chuẩn độ thử một mẫu để biết trilon B cần dùng.

Chuẩn bị lại mẫu thí nghiệm như trên rồi cho vào dung dịch khoảng 90% lượng trilon B đã ghi được ở mẫu thử trên. Sau đó thêm 5 ml dung dịch NaOH 1N và 1 giọt canxein 0,5%. Dùng buret vì lượng tiếp tục chuẩn bằng trilon B cho đến khi dung dịch chuyển từ màu đỏ sang màu vàng ánh xanh, ghi lấy tổng lượng dung dịch trilon B đã dùng 2 lần.

2.9.4. Tính kết quả

Hàm lượng canxi tính bằng phần trăm chất khô (X_5) theo công thức:

$$X_5 = \frac{0,0004 \cdot V_1 \cdot 500}{V_2 \cdot m} \cdot 100;$$

trong đó:

0,0004: lượng canxi tương ứng với 1 ml trilon B, tính bằng g;

V_1 : thể tích dung dịch trilon B 0,01N tiêu tốn khi chuẩn, tính bằng ml;

V_2 : thể tích dung dịch muối được lấy từ bình định mức, tính bằng ml;

500: dung tích bình định mức, tính bằng ml;

m: lượng cân mẫu muối, tính bằng g.

Kết quả cuối cùng là trung bình cộng của kết quả hai lần xác định song song, chênh lệch giữa hai lần xác định song song nhỏ hơn 0,05%.

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

2.10.1. Nguyên tắc

Phương pháp này dựa trên cơ sở chuẩn độ tổng lượng Ca^{++} , Mg^{++} bằng dung dịch trilon B, chất chỉ thị là eriocrom T đen trong môi trường pH = 10, kết hợp với phương pháp xác định canxi (điều 2.9) sẽ xác định được hàm lượng magiê.

2.10.2. Dụng cụ và thuốc thử

Trilon B, dung dịch 0,01N;

Tinh thể eriocrom T đen;

Dung dịch đệm $NH_4OH - NH_4Cl$ pH = 10;

Burét.

2.10.3. Tiến hành thử

Lấy 20 ml dung dịch nước muối trong bình định mức 500 ml (điều 2.5) cho vào bình tam giác 250ml, thêm 30 ml nước cất, 10ml dung dịch đệm pH = 10, vài tinh thể ETOO.

Dùng trilon B 0,01N chuẩn cho đến khi dung dịch chuyển màu từ đỏ tím sang xanh hoàn toàn, ghi lại lượng trilon B đã dùng

2.10.4. Tính kết quả:

Hàm lượng ion magiê tính bằng phần trăm chất khô (X_6) theo công thức:

$$X_6 = \frac{0,00024.(V_2 - V_1) \cdot 500}{V \cdot m} \cdot 100;$$

trong đó:

0,00024: lượng magiê tương ứng với 1 ml trilon B 0,01N, tính bằng g;

V_1 : lượng trilon B dung dịch 0,01N dùng chuẩn Mg^{++} , tính bằng ml;

V_2 : lượng trilon B dung dịch 0,01N đã chuẩn Ca^{++} , tính bằng ml (điều 2.1 cùng lượng mẫu như xác định Mg^{++});

V: thể tích dung dịch muối lấy từ bình định mức, tính bằng ml;

m: lượng cân mẫu muối, tính bằng g;

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

Kết quả là trung bình cộng của kết quả hai lần xác định song song, chênh lệch 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 tủa trắng tan rất ít trong nước. Sấy và cân kết tủa để xác định hàm lượng kali

2.11.2. Dụng cụ và thuốc thử:

Tetraphenyl borat natri:

Cân 3g tetraphenyl borat natri $NaB(C_6H_5)_4$ và 0,5g nitrat nhôm $Al(NO_3)_3$ hòa tan trong nước cất thành dung dịch có dung tích 100 ml để qua 1 đêm (chỉ pha trước khi dùng);

Axit axetic, dung dịch 1N;

Dung dịch rửa: dùng 100 ml nước cất pha thêm 2 ml dung dịch tetraphenyl borat natri 3% và 2 ml dung dịch axit axetic 1N;

Phễu lọc xốp số 4.

2.11.3. Tiến hành thử

Lấy 20 ml dung dịch nước muối trong bình định mức 500 ml (điều 2.5) cho vào bình định mức 250 ml, thêm nước tới vạch.

Lấy 50 ml dung dịch trong bình định mức 250 ml trên, cho vào cốc dung tích 150 ml axit hóa bằng 5 ml dung dịch axit axêtic 1 N, đem đun nóng ở $40 - 50^{\circ}\text{C}$ cho từ từ 10 ml dung dịch tetraphenylborat natri 3%. Khuấy mạnh rồi làm nguội bằng nước tới nhiệt độ phòng.

Dùng phễu xốp số 4 (đã sấy tới khối lượng không đổi ở nhiệt độ $120 \pm 5^{\circ}\text{C}$). Lọc lấy kết tủa. Rửa kết tủa ngay trên phễu 4 lần, mỗi lần 3 ml dung dịch rửa và 3 lần nước cất, mỗi lần 3 ml, hút khô kết tủa, sấy kết tủa (cả phễu) ở nhiệt độ $120 \pm 5^{\circ}\text{C}$ trong 1 giờ, làm nguội trong bình hút ẩm, rồi cân.

Lập lại quá trình sấy, làm nguội và cân tới khối lượng không đổi.

2.11.4. Tính kết quả

Ham lượng ion kali tính bằng phần trăm chất khô (X_7) theo công thức:

$$X_7 = \frac{0,1091 \cdot 125 \cdot M \cdot 100}{m};$$

trong đó:

0,1091: hệ số tính chuyển kali từ $\text{NaB}(\text{C}_6\text{H}_5)_4$;

125: hệ số pha loãng $\left(\frac{20}{500} \times \frac{50}{250} = \frac{1}{125} \right)$;

M: khối lượng kết tủa, tính bằng g;

m: lượng cân mẫu muối, tính bằng g.

Kết quả là trung bình cộng giữa kết quả 2 lần xác định song song, chênh lệch kết quả giữa 2 lần xác định song song nhỏ hơn 0,05%.

2.12. Xác định hàm lượng ion natri (Na^+)

2.12.1. Nguyên tắc.

Dùng antimonat kali $\text{K}_2\text{H}_2\text{Sb}_2\text{O}_7$ để kết tủa natri trong môi trường trung tính hay axit yếu, hòa tan kết tủa trong hỗn hợp axit clohydric và iodua kali rồi dùng thiosunfat natri để định phân iốt tự do, từ đó tính ra hàm lượng Na^+ .

Trước hết phải loại các ion Mg^{++} , Ca^{++} khỏi dung dịch bằng cách cho dung dịch tác dụng với 8 ôxy aninolin để kết tủa $\text{Mg}(\text{C}_9\text{H}_6\text{ON})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ và $\text{Ca}(\text{C}_9\text{H}_6\text{ON})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$.

Đề giảm độ hòa tan của $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Sb}_2\text{O}_7 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ trong nước, quá trình kết tủa được tiến hành trong dung dịch etanola.

2.12.2 Dụng cụ và thuốc thử

Dung dịch 8 oxy aninolin 2% trong etanola;

Dung dịch tạo kết tủa: lấy 20 g antimonat kali hòa tan trong 1 lít nước cất sôi, làm nguội và thêm vào đó 1 g KOH, để qua một đêm, nếu có vẩn đục phải lọc;

Natrithiosunfat, dung dịch 0,05 N;

Etanola khan;

Axit clohydric đậm đặc;

Kali iodua tinh thể; Hồ tinh bột, dung dịch 0,5% amoni hydroxyt dung dịch 10%;

Nồi cách thủy.

2.12.3. Tiến hành thử

Lấy 20 ml dung dịch nước muối trong bình định mức 500 ml (điểm 2.5) cho vào cốc dung tích 150 ml, đun sôi nhẹ (khi sủi tăm) thêm 10 ml dung dịch 8 oxy aninôlin 2% và nhỏ thêm khoảng 0,3 ml dung dịch NH_4OH 10%, đun cách thủy cho dung dịch sôi trong 1 – 2 phút; để nguội, lọc kết tủa trên phễu số 4, dùng 100 ml nước cất chia làm nhiều lần để rửa kết tủa (như vậy đã loại được 2 ion Mg^{++} và Ca^{++} ra khỏi dung dịch).

Dem dung dịch lọc rửa ở trên cô đặc tới thể tích 25 ml rồi thêm vào đó 25 ml cồn etanola khan.

Đun hỗn hợp trên nồi cách thủy và cho từ từ 25 ml dung dịch $\text{K}_2\text{H}_2\text{Sb}_2\text{O}_7$ vừa cho vào vừa khuấy. Khi thấy có kết tủa tạo thành thì cho nhanh hơn.

Đề yên ở nhiệt độ phòng trong 1 giờ rồi lọc kết tủa trên phễu số 4, dùng 40 ml dung dịch etanola rửa 7 lần.

Chuyển toàn bộ kết tủa trên phễu vào cốc có dung tích 150 ml và hòa tan kết tủa bằng 8 ml HCl đặc, lấy nước cất rửa phễu lọc thành cốc và thêm nước cất để dung dịch xấp xỉ 50 ml. Cho vào dung dịch 1 g tinh thể KI để yên trong 5 phút rồi chuẩn độ bằng dung dịch thiosunfat natri cho đến khi dung dịch có màu vàng nhạt. Thêm 5 ml chất chỉ thị hồ tinh bột 0,5% lắc và tiếp tục chuẩn cho tới khi dung dịch hết màu.

2.12.4. Tính kết quả:

Hàm lượng ion natri tính bằng phần trăm chất khô (X_9) theo công thức:

$$X_9 = \frac{V.N.23/2.500.100}{m.v};$$

trong đó:

V : thể tích $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ tiêu tốn khi chuẩn, tính bằng ml ;

N : nồng độ đương lượng của ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) ;

v : lượng nước muối đã lấy, tính bằng ml ;

m : lượng cân mẫu muối, tính bằng g ;

23/2 : hệ số tính chuyển ra natri ;

500 : dung tích bình định mức.

Kết quả là trung bình cộng kết quả 2 lần xác định song song
Chênh lệch giữa 2 kết quả xác định song song không lớn hơn 0,1%

2.13. Cách biểu thị thành phần muối ăn

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

– Cho Ca^{++} kết hợp với SO_4^{--} biểu thị thành CaSO_4 ;

– Lấy tổng lượng SO_4^{--} trừ đi lượng SO_4^{--} kết hợp với Ca^{++} , phần còn lại kết hợp với MgSO_4 ;

– Lấy tổng lượng Mg^{++} trừ đi Mg^{++} kết hợp với SO_4^{--} phần còn lại kết hợp với Clơ thành MgCl_2 ;

– K^+ kết hợp với Cl^- biểu thị thành KCl ;

– Lấy tổng lượng Cl^- trừ đi Cl^- kết hợp với Mg^{++} , K^+ phần còn lại kết hợp với Na^+ biểu thị thành NaCl.

Tóm tắt cách biểu thị thành phần muối ăn.

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

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