

| | |
|--|--------------------------------|
| NATRI HIDROXIT KỸ THUẬT Phương pháp xác định hàm lượng natri hidroxit tổng lượng bazo và natri cacbonat Sodium hydroxide technical Method of test for sodium hydroxide, total of alkaline and sodium carbonate contents | TCVN 3795-83 |
| | Có hiệu lực từ 1-7-1984 |

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp chuẩn độ xác định natri hidroxit với hàm lượng lớn hơn 10 %, tổng lượng bazo trên 10 % và natri cacbonat trong khoảng từ 0,1 % đến 3 %.

1. QUY ĐỊNH CHUNG

1.1. Khi tiến hành thử nếu không có chỉ dẫn nào khác, phải dùng thuốc thử loại " tinh khiết phân tích " (TKPT) và nước cất theo TCVN 2117-77.

1.2 Lấy mẫu theo TCVN 3794-83

1.3. Để tiến hành thử, phải chuẩn bị dung dịch theo quy định dưới đây:

Cân 60 g mẫu trong cốc cân có nút kín với độ chính xác 0,01 g, chuyển hết mẫu cân sang bình định mức dung tích 1 lit. thêm nước cất đến vạch mức, lắc đều.

Chứa dung dịch vào chai polyetylen khô, sạch, có nút kín khi để mẫu lưu

2. PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG NATRI HIDROXIT

2.1. Nguyên tắc

Dùng dung dịch axit clohidric để chuẩn độ tổng lượng bazo trong dung dịch với chỉ thị metyl da cam. Hàm lượng natri hidroxit là hiệu của tổng lượng bazo và hàm lượng natri cacbonat được xác định theo 3.4.2.

2.2. Thuốc thử và dung dịch

Axit clohidric, dung dịch 1 N

Metyl da cam, dung dịch 0,1 % trong nước.

2.3. Tiến hành thử

Dùng pipet hút 50 ml dung dịch đã chuẩn bị theo điều 1.3 cho vào bình nón dung tích 250 ml, thêm 2 giọt metyla da cam rồi chuẩn độ với dung dịch axit clohidric đến khi dung dịch chuyển từ màu vàng sang màu da cam.

2.4. Tính toán kết quả

2.4.1 Hàm lượng natri hidroxit (X) tính bằng phần trăm theo công thức:

$$X = \frac{V \cdot 0,04 \cdot 100 \cdot 1000}{M \cdot 50} - 0,7547 \cdot X_2$$

$$X = \frac{V \cdot 80}{M} - 0,7547 \cdot X_2$$

trong đó:

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

M- khối lượng mẫu thử, tính bằng g;

X₂- hàm lượng natri cacbonat xác định được theo điều 3.4.2;

0,04- lượng natri hidroxit tương ứng với 1 ml dung dịch axit clohidric đúng 1 N, tính bằng g;

0,7547- hệ số tính chuyển natri cacbonat ra natri hydroxit.

2.4.2 Kết quả cuối cùng là trung bình cộng của ít nhất hai kết quả xác định song song khi chênh lệch giữa các kết quả đó không vượt quá 0,5 % so với kết quả nhỏ nhất.

3. PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH TỔNG HÀM LƯỢNG BAZƠ VÀ NATRI CACBONAT

3.1. Nguyên tắc

Dùng axit clohidric chuẩn độ mẫu thử với chỉ thị fenolftalein, sau đó với chỉ thị metyla da cam. Làn chuyển màu theo chỉ thị fenolftalein tương ứng với lượng natri hydroxit và một nửa lượng natri cacbonat.

3.2. Thuốc thử và dung dịch

Axit clohidric, dung dịch 0,1 N và 1N,

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

Metyl da cam, dung dịch 0,1 % trong nước;

Nước cất không chứa cacbon dioxit chuẩn bị theo TCVN 1055-71.

3.3. Tiến hành thử

Dùng pipet hút 50 ml đã chuẩn bị theo điều 1.3, cho vào bình nón dung tích 500 ml, thêm vào khoảng 50 ml nước cất không chứa cacbon dioxit. Sau đó thêm 3 giọt dung dịch fenolftalein. Dùng axit clohidric 1 N chuẩn độ đến mất màu. Xác định gần đúng lượng axit clohidric 1 N tiêu tốn.

Dùng pipet hút 50 ml dung dịch đã chuẩn bị theo điều 1.3. cho vào bình nón dung tích 500 ml, thêm 50 ml nước cất không chứa cacbon dioxit. Dùng dung dịch axit clohidric 1 N để chuẩn độ với fenolftalein đến khi kết thúc (lượng axit clohidric 1 N để chuẩn nhỏ hơn 0,5 ml đến 1 ml so với lần chuẩn độ trước) thì dừng lại. Dùng axit clohidric 0,1 N chuẩn độ tiếp cho đến khi kết thúc. Lượng axit clohidric tiêu tốn V₂ (Kể cả lượng axit clohidric 0,1 N sau khi đã

quy về 1 N). Thêm 2 giọt dung dịch chỉ thị metyla da cam rồi tiếp tục chuẩn cho đến lúc màu chuyển từ vàng sang vàng đỏ da cam (V_1).

3.4. Tính toán kết quả

3.4.1. Tổng lượng bazơ (X_1) chuyển ra natri hydroxit, tính bằng phần trăm theo công thức:

$$X_1 = \frac{V_1 \cdot 0,04 \cdot 1000 \cdot 100}{M \cdot 50} = \frac{V_1 \cdot 80}{M}$$

3.4.2. Hàm lượng natri cacbonat (X_2) tính bằng phần trăm theo công thức:

$$X_2 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,053 \cdot 1000 \cdot 100}{M \cdot 50} = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 212}{M}$$

trong đó:

V_1 - lượng dung dịch axit clohydric tiêu tốn trong quá trình chuẩn độ dung dịch thử với chỉ thị fenolftalein và metyla da cam tính bằng ml;

V_2 - lượng dung dịch axit clohydric tiêu tốn trong quá trình chuẩn độ dung dịch thử với chỉ thị fenolftalein tính bằng ml;

M- khối lượng mẫu thử, tính bằng g;

0,04- lượng natri hydroxit tương ứng với 1 ml dung dịch axit clohydric đúng 1N, tính bằng g.

3.4.3 Kết quả cuối cùng là trung bình cộng của ít nhất hai kết quả xác định song song khi chênh lệch giữa các kết quả đó không vượt quy định:

đối với natri hydroxit 0,5 %

đối với natri cacbonat 5 %

so với kết quả nhỏ nhất