

<p>NATRI HIDROXIT KỸ THUẬT Phương pháp xác định hàm lượng natri clorua Sodium hydroxide technical Method of test for sodium chloride contents</p>	<p>TCVN 3796-83</p>
<p>Có hiệu lực từ 1-7-1984</p>	

Tiêu chuẩn này quy định các phương pháp xác định hàm lượng natri clorua: phương pháp thuỷ ngân, phương pháp bạc khi hàm lượng natri clorua lớn hơn 0,01 %, phương pháp đo độ đục khi hàm lượng natri clorua nhỏ hơn 0,01%

1. QUY ĐỊNH CHUNG

1.1. Khi tiến hành phân tích nếu không có quy định nào khác, phải dùng thuốc thử loại " tinh khiết phân tích -TKPT" , và nước cất theo TCVN 2117-71

1.2. Lấy mẫu theo TCVN 3794-83

1.3. Để tiến hành thử, cần chuẩn bị dung dịch theo điều 1.3 TCVN 3795-83

2. PHƯƠNG PHÁP THUỶ NGÂN(phương pháp trọng tài)

2.1 Nguyên tắc

Dùng dung dịch muối thuỷ ngân (II) để chuẩn độ ion clo với chỉ thị dienylicabazon.

2.2. Dung dịch và thuốc thử

Thuỷ ngân (II) nitrat, dung dịch 0,05 N được chuẩn bị như sau: hoà tan khoảng 8,3405 g thuỷ ngân (II) nitrat $Hg(NO_3)_2 \cdot 5H_2O$ vào nước, thêm 1 ml axit nitric (1:1), thêm nước đến vạch mức 1 lit và lắc đều

Natri clorua, dung dịch 0,05 N, chuẩn bị như sau: cân chính xác 2,9222 g natri clorua đã nung ở $400^0 C$ trong cốc cân có nút kín, hoà tan vào nước, chuyển hết dung dịch sang bình định mức và lắc đều.

Axit nitric, dung dịch có d= 1,4 và 2N;

Natri hydroxit, dung dịch 2N;

Brom fenola xanh, dung dịch 0,1 % trong rượu: hoà tan 0,1 g brom fenola xanh vào 100 ml rượu etylic(C_2H_5OH 96%).

Diefnyl cacbazon, dung dịch 1 % trong rượu: hoà tan 1 g difenylicabazon vào 100 ml rượu etylic(C_2H_5OH 96%).

2.3 Chuẩn bị thử

2.3.1 Chuẩn bị mẫu trắng

Cho vào bình nón dung tích 500 ml chừng 200 ml nước, 3 giọt chỉ thị bromfenola xanh, thêm từng giọt axit nitric 2 N đến lcs dung dịch chuyển từ màu xanh sang vàng, thêm dư 3 giọt axit nitric nữa. Thêm 1 ml dung dịch chỉ thị difenylicabazon và dùng thuỷ ngân nitrat nhỏ giọt đến màu tím hồng (thường là một giọt).

2.3.2 Xác định độ chuẩn của dung dịch thuỷ ngân (II) nitrat 0,05 N

Cho vào bình nón dung tích 500 ml chính xác 10 ml dung dịch natri clorua 0,05 N và khoảng 190 ml nước.

Thêm 3 giọt bromfenola xanh, thêm từng giọt axit nitric 2 N đến khi dung dịch chuyển từ màu xanh sang vàng, thêm dư 3 giọt axit nitric, thêm 1 ml dung dịch chỉ thị difenylicabazon

và dùng dung dịch thủy ngân (II) nitrat chuẩn độ đến khi màu tím hồng giống như màu của mẫu trắng. Tiến hành so sánh màu của hai dung dịch có cùng thể tích để chuẩn độ cho chính xác. Dung dịch chuẩn thủy ngân (II) nitrat đúng 0,05 N khi lượng tiêu tốn 10 ml.

2.4 Tiến hành thử

Lấy vào bình nón dung tích 500 ml lần lượt:

Bình thứ nhất: nếu mẫu có chứa hàm lượng natri clorua nhỏ hơn 0,1 % thì cân 20 g mẫu trong cốc với độ chính xác đến 0,01 g. Cần thận thêm 100 ml nước và 30 ml axit nitric có $d=1,4$.

Bình thứ hai: nếu mẫu thử có hàm lượng natri clorua lớn hơn 0,1% thì hút chính xác 50 ml dung dịch đã chuẩn bị theo điều 1.3. TCVN 3795-83, thêm 100 ml nước và 2 ml axit nitric có $d=1,4$.

Làm nguội dung dịch đến nhiệt độ phòng thêm 3 giọt bromfenola xanh, thêm từng giọt axit nitric có $d=1,4$ cho đến lúc dung dịch chuyển từ màu xanh sang màu vàng.

Tiếp đó thêm từng giọt dung dịch natri hydroxit cho đến lúc màu của dung dịch lại trở lại màu xanh. Dùng dung dịch axit nitric 2 N nhỏ giọt cho dung dịch chuyển từ xanh sang vàng, thêm dư 3 giọt axit, thêm nước đến thể tích khoảng 200 ml , thêm tiếp 10 ml difenylcacbazon, chuẩn độ dung dịch thủy ngân (II) nitrat đến khi màu của dung dịch giống màu tím hồng của mẫu trắng(theo điều 2.3.1).

2.5 Tính toán kết quả

2.5.1 Hàm lượng natri clorua (X) tính bằng phần trăm theo công thức:

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot 0,002923 \cdot 100}{M} = \frac{(V - V_1) \cdot 0,2923}{M}$$

Trong đó :

V – lượng thủy ngân (II) nitrat đúng 0,05 N tiêu tốn lúc chuẩn mẫu thử, tính bằng ml;

M- khối lượng mẫu thử, tính bằng g;

0,002923- khối lượng natri clorua tương ứng với 1ml dung dịch thủy ngân (II) nitrat đúng 0,05 N.

2.5.2 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 5 % so với giá trị nhỏ nhất.

3.PHƯƠNG PHÁP BẠC

3.1 Nguyên tắc

Dùng dung dịch bạc nitrat chuẩn độ ion với sự có mặt của chỉ thị kali cromat.

3.2 Dung dịch và thuốc thử

Bạc nitrat, dung dịch 0,1 N

Fenolftalein, dung dịch 1 % trong rượu etylic;

Kali cromat, dung dịch 5 % trong nước;

Axit sunfuric, dung dịch 1 N.

3.3. Tiến hành thử

Hút 50 ml dung dịch đã chuẩn bị theo điều 1.3 . TCVN 3795- 83 vào bình nón dung tích 250 ml. Thêm 2-3 giọt chỉ thị fenolftalein dùng axit sunfuric trung hoà đến khi mất màu, thêm

1 ml chỉ thị kali cromat , dùng dung dịch bạc nitrat chuẩn độ đến khi xuất hiện màu đỏ nâu bền vững (nhớ lắc đều trong quá trình chuẩn độ).

3.4 Tính toán kết quả

3.4.1 Hàm lượng natri clorua (X_1) tính bằng phần trăm theo công thức:

$$X_1 = \frac{V_2 \cdot 0,1 \cdot 0,0585}{M \cdot \frac{50}{100}} \cdot 100 = \frac{V_2 \cdot 11,7}{M}$$

Trong đó:

V_2 – Lượng dung dịch bạc nitrat đúng 0,1 N tiêu tốn trong quá trình chuẩn độ , tính bằng ml;

M – khối lượng mẫu thử, tính bằng g;

0,0585- lượng natri clorua tương ứng với 1ml bạc nitrat đúng 0,1 N, tính bằng g.

3.4.2 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 5 % so với giá trị nhỏ nhất.

4. PHƯƠNG PHÁP ĐO ĐỘ ĐỤC

4.1 Nguyên tắc

Cho bạc nitrat tác dụng với ion clorua có trong mẫu thử và mẫu so sánh, đo độ đục tạo ra của mẫu thử với dãy dung dịch tiêu chuẩn của mẫu so sánh.

4.2 Dung dịch, thuốc thử và dụng cụ

Bạc nitrat, dung dịch 0,1 N

Axit nitric, dung dịch 0,25 %

Natri clorua, dung dịch tiêu chuẩn chứa 0,01 g Cl trong 1 lit, chuẩn bị như sau: cân 0,0165 g natri clorua sau khi sấy ở nhiệt độ 400⁰C với độ chính xác 0,0001 g. Hoà tan mẫu, chuyển hết sang bình định mức, có dung tích 1 lit, lắc đều.

Ống nghiệm có kích thước 170 x 18 mm

4.3 Tiến hành thử

Cân 5 g mẫu thử, đã lấy theo điều 1.2, với độ chính xác đến 0,005 g trong cốc cân có nút kín. Chuyển hết mẫu sang bình định mức dung tích 100 ml và thêm nước tới vạch mmức, lắc đều.

Dùng pipet cho vào ống nghiệm lần lượt:

10 ml dung dịch mẫu vừa chuẩn bị , nếu hàm lượng clorua từ 0,001 – 0,004%- dung dịch 1

5 ml dung dịch mẫu vừa chuẩn bị nếu hàm lượng clorua từ 0,004- 0,01 %- dung dịch 2

Dùng 2,5 ml dung dịch axit nitric để axit hoá dung dịch mẫu trong ống nghiệm, thêm 1 ml dung dịch bạc nitrat và thêm nước đến thể tích 15 ml. Giữ yên dung dịch 10 phút trong chỗ tối. Sau đó, đem so độ đục với dãy dung dịch tiêu chuẩn, được chuẩn bị tương tự theo quy trình trên và chứa:

0,5; 1,0; 1,5 Và 2,0 ml- nếu là dung dịch 1

1,0; 1,5; 2,0 và 2,5 ml – nếu là dung dịch 2

4.4 Tính toán kết quả

4.4.1 Hàm lượng natri clorua (X_2) tính bằng phần trăm theo công thức:

$$X_2 = \frac{0,01 \cdot 100 \cdot 100 \cdot 1,649 \cdot V_5}{M_1 \cdot V_4 \cdot 1000} = \frac{0,1649 \cdot V_5}{M_1 \cdot V_4}$$

Trong đó :

M_1 - khối lượng mẫu thử, tính bằng ml;

V_4 - lượng dung dịch mẫu thử, tính bằng ml;

V_5 – lượng dung dịch tiêu chuẩn lấy để pha dung dịch so sánh có độ đục tương ứng với mẫu thử , tính bằng ml;

1,649 – hệ số tính chuyển hàm lượng clorua ra hàm lượng natri clorua.

4.4.2 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 10 % so với giá trị nhỏ nhất.