

**AMONI CLORUA KỸ THUẬT**

*Technical ammonium chloride*

**1. Phạm vi áp dụng**

Tiêu chuẩn này áp dụng cho amoni clorua được sản xuất trực tiếp từ muối natri clorua và amoni sunfat hay từ khí amoniac và axit clohidric; hoặc được sản xuất gián tiếp từ quá trình sản xuất soda theo phương pháp Solvay.

Công thức phân tử:  $NH_4Cl$ .

Khối lượng phân tử 53,19 ( theo khối lượng nguyên tử quốc tế năm 1981)

**2. Tiêu chuẩn trích dẫn**

TCVN 1694-75 Sản phẩm hoá học- Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu.

TVN 9851-89 Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm.

TCVN 1058-78 Hoá chất. Phân nhóm và ký hiệu mức độ tinh khiết

TCVN 1055-86 Thuốc thử-Phương pháp chuẩn bị dung dịch chỉ thị

TCVN 3732-82 Thuốc thử- Phương pháp xác định cặn không tan trong nước

TCVN 2297-78 Thuốc thử axit nitric

TCVN 1056-86 Thuốc thử- Phương pháp chuẩn bị các dung dịch dùng cho phân tích trắc quang và phân tích đực khuếch tán

TCVN 5507-91 Hoá chất nguy hiểm- Quy phạm an toàn trong sản xuất , sử dụng, bảo quản và vận chuyển

**3. Yêu cầu kỹ thuật**

Các chỉ tiêu của nhóm amoni clorua kỹ thuật phải phù hợp với mức quy định trong bảng 1.

Bảng 1- Chỉ tiêu và mức của amoni clorua kỹ thuật

Tính bằng phần trăm

Tên chỉ tiêu	Mức quy định
1. Dạng bên ngoài	Tinh thể trắng hoặc trắng ngà
2. Hàm lượng amoni clorua ( $NH_4Cl$ ), không nhỏ hơn	99,0
3. Độ ẩm, không lớn hơn	0,5
4. Hàm lượng natri, quy ra $NaCl$ , không lớn hơn	0,1
5. Tổng hàm lượng cacbonat, quy ra $(NH_4)_2CO_3$ , không lớn hơn	0,025
6. Hàm lượng sắt, ( $Fe$ ), không lớn hơn	0,002
7. Hàm lượng kim loại nặng, quy ra $Pb$ , không lớn hơn	0,002
8. Độ pH dung dịch 10%	

9. Hàm lượng cặn không tan trong nước, không lớn hơn	4,0- 6,0
10. Hàm lượng sunfat, quy ra SO <sub>4</sub> , không lớn hơn	0,03
	0,02

#### 4. Phương pháp thử

##### 4.1 Quy định chung

4.1.1 Nước cất dùng để phân tích phải theo quy định trong TCVN 4851-89

4.1.2 Thuốc thử dùng trong tiêu chuẩn này phải là loại tinh khiết hoá học ( TKHH) hay tinh khiết phân tích ( TKPT)

4.1.3 Các phép thử phải tiến hành song song trên hai mẫu cân

4.1.4 Ống so màu phải cùng loại trong một lần phân tích

4.1.5 Cân phân tích có độ chính xác đến 0,001 g

4.1.6 Trong quá trình thử nghiệm phải tuân theo các quy tắc an toàn quy định trong điều 6

##### 4.2. Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu thử

4.2.1 Lô hàng được lấy mẫu

Lô hàng là lượng sản phẩm được sản xuất từ cùng một đợt nguyên liệu ban đầu, được đóng gói trong cùng một loại bao bì và được gửi đến hay được bảo quản tại cùng một địa chỉ.

4.2.2 Trình tự lấy mẫu tại mỗi lô

Nguyên tắc lấy mẫu tuân theo quy định trong lược đồ lấy mẫu của TCVN 1694-75. Nội dung lấy mẫu như sau:

Căn cứ vào số lượng đơn vị bao gói ( lấy khối lượng chuẩn để tính 25 kg ) có trong lô để quyết định số bao cần lấy mẫu. Tại mỗi đơn vị bao gói được chọn sẽ lấy ra một mẫu trong bao, gọi là mẫu ban đầu. Tỷ lệ bao được lấy và lượng mẫu ban đầu theo quy định trong bảng 2.

**Bảng 2- Tỷ lệ lấy mẫu trong lô**

Tổng số đơn vị bao gói có trong lô	Số đơn vị được chọn để lấy mẫu ban đầu	Khối lượng mẫu ban đầu lấy ra từ mỗi đơn vị được chọn,g
đến 300	3	500
từ 301 đến 500	4	400
từ 501 đến 1500	5	300
từ 1501 đến 3000	7	300
từ 3001 đến 10 000	10	200

Đối với lô hàng có trên 10 000 đơn vị bao gói thì cần phân thành nhiều lô nhỏ có số lượng đơn vị bao gói nằm trong khoảng quy định trong bảng 2. Sau đó tiến hành lấy mẫu riêng biệt cho từng lô nhỏ này.

4.2.3 Mẫu chung

Trộn đều các mẫu ban đầu để lấy mẫu chung theo nguyên tắc chia tư để có khối lượng khoảng 100 g. Mẫu này đại diện cho lô hàng. Mẫu đựng trong lọ thủy tinh nút mài miệng rộng hay trong túi PE hai lớp và bảo quản nơi khô ráo. Trên vật đựng mẫu phải ghi rõ;

- tên sản phẩm
- số hiệu lô hàng
- người lấy mẫu
- ngày tháng và địa điểm lấy mẫu

#### 4.2.4 Mẫu trung bình thử nghiệm

Mẫu trung bình thử nghiệm được lấy từ mẫu chung theo nguyên tắc chia tư với khối lượng đủ để lấy mẫu phân tích. Phần còn lại của mẫu chung là mẫu lưu được bảo quản nơi khô ráo, trong thời gian ít nhất là một tháng để khi cần đem phân tích trọng tài.

#### Chú thích

- a) dụng cụ lấy mẫu và đựng mẫu phải khô, sạch và không được có ương tác hoá học với amoni clorua. Riêng dụng cụ đựng mẫu phải kín, không có hơi kiềm hoặc axit;
- b) mẫu phải được lấy ở sâu trong lòng vật đựng để tránh phần mẫu lộ ra ngoài ánh sáng hay không khí;
- c) thể tích vật đựng mẫu phải vừa đủ để mẫu lấp đầy vật đựng

### **4.3. Xác định dạng bên ngoài: kiểm tra bằng mắt**

#### **4.4. Xác định độ ẩm**

##### 4.4.1 Nguyên tắc

Mẫu được sấy khô trong tủ sấy. Phần giảm khối lượng được tính là độ ẩm

##### 4.4.2 Tiến hành xác định

Cân khoảng 5 g mẫu thử với độ chính xác 0,001 g cho vào hộp sấy đã sấy và cân đến khối lượng không đổi. Đặt hộp sấy vào tủ sấy mở nắp và sấy trong 3 giờ ở nhiệt độ  $105^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ . Để nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng và cân đến khối lượng không đổi.

##### 4.4.3 Tính kết quả

Hàm lượng nước và chất bay hơi (độ ẩm  $X_1$ ), tính bằng phần trăm, theo công thức:

$$X_1 = \frac{g_1 - g_2}{G} \cdot 100$$

Trong đó

$g_1$  – là khối lượng hộp sấy và mẫu trước khi sấy, g;

$g_2$  – là khối lượng hộp sấy và mẫu sau khi sấy, g;

G là khối lượng mẫu thử, g.

### **4.5 Xác định hàm lượng amoni clorua**

#### 4.5.1 Nguyên tắc

Focmalin được thêm vào dung dịch mẫu để phản ứng với gốc amoni có trong đó và giải phóng lượng axit clohidric tương đương. Dùng natri hidroxit để chuẩn lượng axit sinh ra, từ đó tính ra lượng amoni clorua có trong mẫu.

#### 4.5.2 Thuốc thử

Focmalin: dung dịch 1:1 trung tính chuẩn bị theo điều 2.30 của TCVN 1055-86

Natri hidroxit: dung dịch 0,1 N .chuẩn bị theo điều 2.52 của TCVN 1055-86

Chỉ thị màu: có thể dùng 1 trong 2 chỉ thị sau đây:  
+ phenolphtalein : dung dịch 1 % trong rượu etylic chuẩn bị theo điều 2.1.36 trong bảng 1 của TCVN 4374- 86

+ Thimol xanh : dung dịch 1 % trong rượu etylic chuẩn bị theo điều 2.1.39 trong bảng 1 của TCVN 4374-86

#### 4.5.3 Tiến hành xác định

Cân khoảng 5 g mẫu với độ chính xác 0,001 g, hoà tan vào 100 ml nước trong cốc thuỷ tinh. Chuyển dung dịch vào bình định mức 500 ml và thêm nước đến vạch, lắc đều. Lần lượt cho vào một bình nón các dung dịch sau:

- dung dịch mẫu thử : 25 ml
- dung dịch fomalin trung tính : 20 ml
- chỉ thị màu : 4 -5 giọt

trong một bình nón khác, chuẩn bị một mẫu trắng với lượng các dung dịch như trên, nhưng thay dung dịch mẫu thử bằng 25 ml nước cất.

Tiếp theo chuẩn độ dung dịch trong 2 bình nón bằng natri hidroxit cho tới khi vừa chuyển từ không màu sang phớt hồng ( nếu dùng chỉ thị phenolphtalein ) hay chuyển từ xanh tím sang vàng chanh ( nếu dùng chỉ thị thimol xanh.

#### 4.5.4 Tính kết quả

Hàm lượng amoni clorua (  $X_2$  ), tính bằng % đối với mẫu khô, theo công thức sau:

$$X_2 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 53,49 \cdot 0,1 \cdot 500 \cdot 100}{25 \cdot G \cdot (100 - X_1)} = 10698,26 \cdot \frac{(V_1 - V_2)}{(100 - X_1) \cdot G}$$

trong đó

$V_1$  là thể tích dung dịch natri hidroxit tiêu tốn để chuẩn độ mẫu thử, ml

$V_2$  là thể tích dung dịch natri hidroxit tiêu tốn để chuẩn độ mẫu trắng, ml

53,49 là đương lượng gam của amoni clorua;

0,1 là nồng độ đương lượng của dung dịch natri hidroxit dùng để chuẩn độ;

$X_1$  là độ ẩm của mẫu thử, xác định theo phần 4.3 của tiêu chuẩn này, %.

G là khối lượng mẫu thử, g

### **4.6. Xác định hàm lượng cặn không tan trong nước**

#### 4.6.1 Nguyên tắc

Mẫu được hoà tan vào nước và lọc. Cặn không tan được sấy khô trong tủ sấy và được xác định khối lượng

#### 4.6.2 Cách tiến hành

Cân khoảng 50 g mẫu với độ chính xác 0,001 g và cho vào cốc 250 ml. Hoà tan với 200 ml nước nóng, sau đó đặt mặt kính đồng hồ và đun trên bếp cách thuỷ sôi trong 1 giờ. Lọc dung dịch qua chén lọc số 4. Chén lọc này đã được sấy khô đến khối lượng không đổi (  $g_1$  ) và cân chính xác đến 0,001 g. Rửa chén bằng nước nóng nhiều lần cho tới khi không còn ion clorua trong nước rửa( thử bằng bạc nitrat). Sấy chén lọc và cặn ở  $105 \pm 5$  °C trong tủ sấy đến khối lượng không đổi (  $g_2$  )

#### 4.6.3 Tính kết quả

Hàm lượng cặn không tan trong nước (  $X_3$  ) tính bằng % theo công thức:

$$X_3 = \frac{g_2 - g_1}{G} \cdot 100$$

Trong đó

$g_1$  là khối lượng chén lọc trước khi sấy, g

$g_2$  là khối lượng chén lọc và cặn sau khi sấy, g;

G là khối lượng mẫu thử, g.

#### **4.7 Xác định độ pH dung dịch 10 %**

##### 4.7.1 Dụng cụ, hoá chất

- máy đo pH;
- nước cất không chứa carbon dioxyt: chuẩn bị theo điều 2.57 của TCVN 1055-86

##### 4.7.2 Tiến hành xác định

Cân 10 g mẫu chính xác đến 0,01 g, hoà tan trong 50 ml nước trong cốc 250 ml. Chuyển tất cả dung dịch vào bình định mức 100 ml và thêm nước đến vạch. Để yên dung dịch khoảng nửa giờ rồi tiến hành đo pH.

#### **4.8. Xác định hàm lượng sắt**

##### 4.8.1 Phương pháp so màu bằng máy ( phương pháp trọng tài)

###### 4.8.1.1 Nguyên tắc

Sắt được khử về ion  $Fe^{+2}$  và so màu với thuốc thử o- Phenaltrolin hay 2,2 dipiridin

###### 4.8.1.2 Dụng cụ và thuốc thử

- máy so màu có thể làm việc ở vùng ánh sáng có bước sóng từ 500 đến 540 nm.
- giấy công gô đỏ
- axit sunfuric : dung dịch 1 :1 trong nước
- amoni hidroxit : dung dịch 1 : 1 trong nước
- hidroxilamin hydroclorua : dung dịch 100 g/l. Chuẩn bị theo điều 2.35 của TCVN 1055-86
- O-Phenaltrolin ( 1-10 – Phenaltrolin): dung dịch 3 g/l. Chuẩn bị theo điều 2.61 của TCVN 1055-86
- 2,2-dipiridin : dung dịch 0,5 % trong rượu chuẩn bị theo điều 2.27 của TCVN 1055-86
- dung dịch amoni axetat : hoà tan 100 g amoni axetat vào khoảng 600 ml nước. Thêm 200 ml axit axetic băng voà dung dịch đã lọc. Pha loãng đến 1 000 ml;
- dung dịch chuẩn sắt A : hoà tan 0,702 g phèn sắt ( II) amoni [  $Fe( NH_4)_2SO_4.6H_2O$  ] vào 50 ml nước có chứa 10 ml dung dịch axit sunfuric ( 10 %). Chuyển vào bình định mức 1 000 ml và thêm nước đến vạch, 1 ml dung dịch chuẩn sắt A chứa 0,1 mg sắt ( Fe). Dung dịch pha xong phải được đựng trong bình PE và chỉ dùng trong vòng 2 ngày.
- Dung dịch chuẩn sắt B: lấy 100 ml dung dịch chuẩn sắt A vào bình định mức 1000 ml. Thêm nước đến vạch, lắc đều, 1ml dung dịch chuẩn sắt B chứa 0,01 mg sắt ( Fe). Dung dịch pha xong phải được đựng trong bình PE và chỉ chuẩn bị trước khi dùng;
- xây dựng đường chuẩn:

a) trong 6 bình định mức dung tích 50 ml được đánh số , lần lượt cho dung dịch chuẩn sắt B theo lượng sau:

Bình định mức số	Thể tích dung dịch chuẩn sắt B cho vào, ml	Hàm lượng sắt tương ứng, mg/ 50 ml
0	0,0	0,00
1	1,0	0,01
2	2,0	0,02
3	3,0	0,03
4	4,0	0,04
5	5,0	0,05

b) tiếp theo, cho vào mỗi bình các dung dịch sau:

- nước cất :20 ml

-hidroxylamin hydroclorua: 1 ml

-o-phenaltrolin hay 2,2 dipiridin : 5 ml

Lắc đều, thêm tiếp tục vào mỗi bình dung dịch amoni hidroxit để pH dung dịch chuyển về khoảng 3,5 -4,0 ( thử bằng giấy công gô đỏ)> Lắc kỹ, sau đó thêm 5 ml dung dịch amoni axetat và thêm nước đến vạch, lắc kỹ. Để yên dung dịch 15 phút. Đo mật độ quang ở bước sóng 510 nm ( kính lọc màu xanh lục), dung dịch so sánh là bình số 0;

c) dựng đường cong chuẩn : vẽ đường cong chuẩn phụ thuộc giữa mật độ quang và hàm lượng sắt tính bằng mg Fe / 50 ml dung dịch

#### 4.8.1.3 Cách tiến hành

Cân khoảng 25 g mẫu chính xác đến 0,001g, cho vào cốc 250 ml. Hoà tan bằng 200 ml nước nóng, đun trên bếp cách thủy sôi trong 30 phút. Để nguội, chuyển dung dịch vào bình định mức 500 ml và thêm nước đến vạch, lắc kỹ.

Lấy ra 20 ml dung dịch mẫu cho vào bình định mức dung tích 50 ml, thêm 1 ml hidroxylamin hydroclorua, 5 ml dung dịch O-Phenaltrolin hay 2,2 -dipiridin . Lắc đều, thêm dung dịch amoni hidroxit để pH dung dịch trong bình chuyển về khoảng 3,5 – 4,0 ( thử bằng giấy công gô đỏ). Thêm nước đến vạch mốc và lắc đều. Đồng thời làm một dung dịch trắng.

Sau 15 phút, đo mật độ quang của dung dịch mẫu so sánh với dung dịch trắng

#### 4.8.1.4 Tính kết quả

Hàm lượng sắt (  $X_4$  ), quy ra Fe, tính bằng % theo công thức sau:

$$X_4 = \frac{a \cdot 500 \cdot 100}{1000 \cdot 20 \cdot G} = \frac{2,5 a}{G}$$

Trong đó

a là lượng sắt có trong 50 ml dung dịch mẫu tìm được theo đường chuẩn trên đồ thị chuẩn, miligam

G là lượng mẫu thử, gam.

## 4.8.2 Phương pháp so màu bằng mắt

### 4.8.2.1 Nguyên tắc

So sánh cường độ màu của dung dịch phức sắt ( III ) thioxianat của mẫu thử với dung dịch chuẩn

### 4.8.2.2 Dụng cụ và thuốc thử

- pipet;
- cốc thủy tinh 100 ml;
- ống so màu dung tích 100 ml;
- bình định mức 500 ml;
- axit nitric theo TCVN 2297-78; dung dịch ( 1 : 1 )
- amoni thioanat : dung dịch 15 %;
- dung dịch chuẩn sắt A và B chuẩn bị theo 4.7.1.2

### 4.8.2.3 Cách tiến hành

Cân khoảng 25 g mẫu chính xác đến 0,001 g cho vào cốc 250 ml. Hoà tan bằng 200 ml nước nóng, đun trên bếp cách thủy sôi khoảng 5 phút. Để nguội. Chuyển dung dịch vào bình định mức 500 ml và thêm nước đến vạch lắc kỹ.

Lấy 20 ml dung dịch mẫu cho vào ống so màu ( số 1 ) rồi thêm 1 ml dung dịch axit nitric. Đun trên bếp cách thủy sôi khoảng 5 phút. Để nguội. Đồng thời thêm 5 ml dung dịch amoni thioxianat cho vào một ống so màu khác ( số 2 ) có cùn kích thước lần lượt:

- 20 ml nước cất;
- 1 ml dung dịch axit nitric;
- 5 ml dung dịch amoni thioxianat.

Dung microburet, cho đồng thời với lượng bằng nhau : dung dịch chuẩn sắt B vào ống 2 và nước cất vào ống 1. Sau mỗi lần thêm, lắc đều mỗi ống và so sánh cường độ màu của hai ống trên nền trắng.

Tiếp tục tiến hành cho đến khi quan sát thấy cường độ màu của dung dịch trong hai ống bằng nhau.

Ghi thể tích dung dịch chuẩn sắt B đã dùng.

### 4.8.2.4 Tính kết quả

Hàm lượng sắt (  $X_4$  ), tính bằng % theo công thức sau :

$$X_4 = \frac{V \cdot 0,01 \cdot 500 \cdot 100}{1000 \cdot 20 \cdot G} = \frac{0,025 \cdot V}{G}$$

Trong đó

V là thể tích của dung dịch sắt chuẩn B chứa 0,01 mg sắt / ml đã cho vào ống so màu số 2, mililit;

G là khối lượng mẫu thử, gam.

## **4.9 Xác định hàm lượng kim loại nặng**

4.9.1 Nguyên tắc : So sánh cường độ màu của huyền phù hợp chất sunfua trong mẫu thử với ống chuẩn

#### 4.9.2 Dụng cụ và thuốc thử

- ống so màu dung tích 100 ml;
- bình định mức 100 ml
- amoni hidroxit: dung dịch 10 %. Chuẩn bị theo điều 2.6 của TCVN 1055-86;
- axit axetic: dung dịch 30 %. Chuẩn bị theo điều 2.18 của TCVN 1055-86
- hidrosunfua: dung dịch bão hoà. Chuẩn bị theo điều 2.59 của TCVN 1055-86
- nước axit hoá : dùng amoni hidroxit hoặc axit axetic chỉnh pH của 2000 ml nước cất đến khoảng 3-4. Nước axit sẽ được dùng thay nước cất trong suốt quá trình xác định kim loại nặng
- dung dịch chuẩn chì A : chuẩn bị theo điều 2.16.2 của TCVN 1056-86 để có dung dịch chuẩn chứa 1 mg chì/ 2 ml
- dung dịch chuẩn chì B: cho 10 ml dung dịch chuẩn chì A vào bình định mức 1000 ml. Thêm nước đến vạch. Lắc kỹ. Dung dịch chuẩn bị dùng trong ngày. Dung dịch B chứa 0,01 mg chì/ ml.

#### 4.9.3 Cách tiến hành.

Cân khoảng 25 g mẫu với độ chính xác 0,01 g cho vào cốc 250 ml. Hoà tan bằng 200 ml nước nóng 30 phút trên bếp cách thuỷ sôi. Chuyển dung dịch vào bình định mức 500 ml và thêm nước đến vạch.

Lấy 10 ml dung dịch mẫu cho vào ống so màu ( số 1), rồi thêm khoảng 30 ml nước , lắc đều. Thêm 10 ml dung dịch hidro sunfua , lắc đều. Đồng thời trong ống so màu khác (đánh số 2 ) thêm lần lượt:

- 10 ml dung dịch hidro sunfua;
- 40 ml nước.

Dùng microburet, cho đồng thời với lượng bằng nhau: dung dịch chuẩn chì B vào ống 2 và nước vào ống 1, lắc đều và so sánh màu của hai ống trên nền trắng. Tiến hành tiếp tục cho đến khi màu của hai ống bằng nhau. Ghi thể tích dung dịch chuẩn chì B thêm vào ống 2.

#### 4.9.3 Tính kết quả

Hàm lượng kim loại nặng (  $X_5$  qui ra chì, tính bằng % theo công thức sau:

$$X_5 = \frac{V \cdot 0,01 \cdot 500 \cdot 100}{1000 \cdot 10 \cdot G} = \frac{0,05 \cdot V}{G}$$

trong đó :

V là thể tích của dung dịch chì chuẩn B chứa 0,01 mg chì / ml đã cho vào ống so màu số 2, mililit.

G là khối lượng mẫu thử, gam.

### **4.10 Xác định hàm lượng muối sunfat**

#### 4.10.1 Nguyên tắc

So sánh màu trắng đục của huyền phù bari sunfat

#### 4.10.2 Dụng cụ và thuốc thử

- chén sứ
- microburet
- ống so màu 100 ml;



- natri cacbonat : dung dịch 2 %
- axit clohidric : dung dịch 10 %
- bari clorua : dung dịch 20 % đã lọc qua giấy lọc chảy chậm và chuẩn bị theo điều 2.20 của TCVN 1055-86
- hồ tinh bột : dung dịch 1 %, chuẩn bị theo điều 2.74 của TCVN 1055-86
- dung dịch chuẩn sunfat : chuẩn bị theo điều 2.56 của tiêu chuẩn 1056-86 và pha loãng 10 lần để có dung dịch chứa 0,01 mg sunfat / ml.

#### 4.10.3. Cách tiến hành

Cân khoảng 2 g mẫu chính xác đến 0,001 g cho vào chén sứ. Thêm 5 ml nước và 2 ml dung dịch natri cacbonat, lắc đều, đun trên bếp điện cho đến gần cạn khô. Hoà tan cạn vào 10 ml nước nóng và 1 ml dung dịch axit clohidric. Lọc dung dịch nếu cần thiết. Gộp nước lọc và nước rửa vào một ống so màu ( số 1 ) . Thêm 3 ml hồ tinh bột, rồi thêm nước đến thể tích khoảng 25 ml.

Đồng thời trong một ống so màu khác ( số 2 ), thêm lần lượt:

- axit clohidric 1 ml
- dung dịch hồ tinh bột 3 ml
- dung dịch bari clorua 5 ml
- dung dịch natri cacbonat 2 ml

Lắc đều ống sau mỗi lần cho thuốc thử. Thêm nước đến thể tích khoảng 25 ml, sao cho độ cao của cột dung dịch ở ống 2 bằng ống 1.

Dùng microburet, cho đồng thời với lượng bằng nhau : dung dịch bari clorua vào ống 1 và dung dịch chuẩn sunfat vào ống 2. Lắc đều và để yên khoảng 15 phút. So sánh độ đục của hai ống trên nền đen.

Tiếp tục như vậy cho đến khi độ đục của hai ống bằng nhau.

Ghi thể tích dung dịch chuẩn sunfat đã dùng.

#### 4.10.4 Tính kết quả

Hàm lượng tạp chất sunfua (  $X_6$ ), quy ra ion sunfat, tính bằng % theo công thức sau :

$$X_5 = \frac{V \cdot 0,01 \cdot 100}{1000 \cdot G} = 0,001 \cdot \frac{V}{G}$$

trong đó

V là thể tích dung dịch chuẩn sunfat đã dùng, mililit;

G là khối lượng mẫu thử, gam.

#### 4.11 Xác định hàm lượng natri clorua

##### 4.11.1 Phương pháp quang phổ phát xạ ngọn lửa ( phương pháp trọng tài )

###### 4.11.1.1 Nguyên tắc

Xác định natri bằng phương pháp so màu ngọn lửa

###### 4.11.1.2. Thiết bị và hoá chất

- máy quang phổ phát xạ ngọn lửa
- khí axetylen
- axit clohidric : dung dịch 10 %;

- natri clorua : loại TKPT;
- dung dịch chuẩn natri A : 1 mg Na/ ml chuẩn bị theo điều 2.49 của TCVN 1055-86;
- dung dịch chuẩn natri B : 100 ml dung dịch chuẩn natri A vào bình định mức 1000 ml. Thêm nước đến vạch, lắc đều. Một mililit dung dịch chuẩn natri B chứa 0,1 mg Na. Chỉ chuẩn bị trước khi dùng
- xây dựng đường chuẩn : trong 6 bình định mức dung tích 50 ml lần lượt cho dung dịch chuẩn natri B theo lượng như sau :

Bình định mức số	Thể tích dung dịch B cho vào , ml	Hàm lượng natri tương ứng: mg/ 50 ml
0	0,0	0,000
1	0,5	0,005
2	2,0	0,200
4	4,0	0,400
6	6,0	0,600
8	8,0	0,800
10	10,0	1,000

Thêm nước đến vạch, lắc kỹ.

Đo và biểu diễn mối quan hệ giữa độ hấp thụ và hàm lượng natri trong 50 ml dung dịch

#### 4.11.2.3 Cách tiến hành

Cân khoảng 1 g mẫu chính xác đến 0,001 g cho vào cốc 250 ml. Hoà tan với 200 ml nước nóng. Chuyển dung dịch vào bình định mức 500 ml và thêm nước đến vạch

Lấy 25 ml dung dịch mẫu cho vào bình định mức dung tích 50 ml, thêm nước đến vạch mức và lắc đều.

Đo dung dịch mẫu với các điều kiện như đo dãy chuẩn.

#### 4.11.2.4 Tính kết quả

Hàm lượng natri ( $X_7$ ), quy ra NaCl, tính bằng % , theo công thức sau :

$$X_7 = \frac{a \cdot 2,542 \cdot 500 \cdot 100}{1000 \cdot 25 \cdot B} = 5,084 \frac{a}{G}$$

trong đó

a là lượng natri tìm được theo đường chuẩn,mg

2,543 hệ số chuyển từ Na sang NaCl;

G là lượng mẫu thử, gam,

### 4.12 Xác định hàm lượng amoni cacbomat

#### 4.12.1 Nguyên tắc

Chuẩn độ cacbonat bằng axit clohidric theo chỉ thị metyl da cam.

#### 4.12.2 Thuốc thử

- axit clohidric: dung dịch 0,1 N

- metyl da cam: dung dịch 0,1 % trong nước

#### 4.12.3 Cách tiến hành

Cân khoảng 20 g mẫu chính xác đến 0,001 g, hoà tan vào 100 ml nước. Thêm 2 giọt chỉ thị metyl da cam. Chuẩn độ bằng dung dịch axit clohidric cho tới khi vừa chuyển từ màu vàng sang màu da cam hồng.

#### 4.12.4 Tính kết quả

Hàm lượng amoni cacbonat ( $X_8$ ), tính bằng % theo công thức :

$$X_8 = \frac{V \cdot 0,1 \cdot 48,05 \cdot 100}{1000 \cdot G} = 0,4805 \frac{V}{G}$$

trong đó

V là thể tích dung dịch axit clohidric 0,1 N tiêu tốn để chuẩn độ, ml.

48,05 là đương lượng gam của amoni cacbonat;

G là khối lượng mẫu thử, gam.

### 5. Ghi nhãn, bao gói, vận chuyển, bảo quản

#### 5.1 Ghi nhãn

##### 5.1.1 Vị trí

Nhãn được ghi trực tiếp lên bao bì đựng sản phẩm hoặc in lên giấy và gắn kèm với bao bì đựng hoặc được in kèm với giấy chứng nhận chất lượng lô hàng cấp cho khách hàng

##### 5.1.2 Nội dung

Nhãn ghi phải có các thông tin tối thiểu sau đây:

- tên sản phẩm;
- loại ( ghi hàm lượng danh nghĩa của sản phẩm : 99,0 % );
- tên cơ sở sản xuất hay cơ sở cung cấp;
- khối lượng một đơn vị bao gói;
- tên tiêu chuẩn áp dụng;
- ký hiệu lô hoặc thời gian sản xuất hoặc số hiệu hợp đồng giao nhận lô hàng này

Chú thích – có thể kết hợp nội dung ghi nhãn với nội dung ghi nhãn an toàn ( xem phần 6.1 )

#### 5.2 Bao gói

##### 5.2.1 Chất lượng bao bì

Bao gói đựng sản phẩm phải chịu được môi trường axit mạnh. Bao gói chứa sản phẩm phải có khả năng giữ kín khí để hạn chế tối đa việc lọt hơi ẩm vào bên trong bao gói suốt quá trình vận chuyển, bảo quản sản phẩm.

##### 5.2.2 Các dạng bao gói

Các loại bao gói làm bằng vật liệu sau đây có thể được dùng:

- a- túi làm bằng giấy craft nhiều lớp có lót hay tráng nhựa PE, PP hoặc túi làm bằng màng mỏng hay PP- cho phép đựng sản phẩm với khối lượng không quá 25 kg;
- b- túi dệt từ sợi tổng hợp và có lớp màng chống ẩm bên trong : cho phép đựng sản phẩm với lượng không quá 50 kg;

c- thùng nhựa cứng hoặc kim loại có lót lớp phủ chịu axit : cho phép đựng sản phẩm với khối lượng không quá 250 kg.

### **5.3. Vận chuyển**

Sản phẩm đựng trong bao gói có thể được vận chuyển bằng các phương tiện vận tải bình thường. Khi vận chuyển, sản phẩm phải được chở riêng biệt hay phải cách ly tốt với hàng hoá khác. Tuy nhiên, không được chở chung với hoá chất có tính kiềm.

### **5.4 Bảo quản**

5.4.1 Sản phẩm phải được bảo quản nơi khô, mát, thoáng gió, được che mưa nắng

5.4.2 Sản phẩm chỉ được xếp chồng lên nhau không quá 25 lớp đối với bao 25 kg đến 50 kg; 5 lớp đối với bao 250 kg và phải được cách ly với nền kho.

5.4.3 Nền nhà nơi bảo quản nên làm bằng vật liệu chịu axit

5.4.4 Không bảo quản amoni clorua chung một nơi với các chất có tính kiềm

## **6. Quy tắc an toàn khi làm việc với amoni clorua**

### **6.1 Nhãn cảnh báo**

Trên các bao gói đựng sản phẩm, phải dán nhãn cảnh báo với nội dung sau:

a) biểu trưng cho loại hoá chất ăn mòn: loại số 5, phụ lục IV của tiêu chuẩn TCVN 5507-1991.

b) Các dòng chữ cảnh báo nằm trong viền khung đen và có nội dung:

**AMONI CLORUA**  
**HOÁ CHẤT TẠO KHÍ ĐỘC**  
Tránh để bám vào da và mắt  
Tránh hít hơi bốc lên

### **6.2. Trang bị bảo hộ cá nhân**

Khi làm việc với amoni clorua, phải sử dụng:

- găng tay cao su
- quần áo bảo hộ
- ủng chịu axit
- kính bảo vệ mắt
- khẩu trang ẩm

### **6.3. Nơi làm việc**

Nơi làm việc với amoni clorua phải đảm bảo thoáng mát , bằng phương pháp thông gió tự nhiên hay cưỡng bức để tránh tụ đọng khí NH<sub>3</sub> thoát ra từ amoni clorua