

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 7764-3 : 2007

ISO 6353-3 : 1987

Xuất bản lần 1

**THUỐC THỬ DÙNG TRONG PHÂN TÍCH HOÁ HỌC –
PHẦN 3: YÊU CẦU KỸ THUẬT – SERI THỨ HAI**

*Reagents for chemical analysis –
Part 3: Specifications – Second series*

HÀ NỘI – 2007

Mục lục

1	Phạm vi áp dụng	7
2	Tài liệu viện dẫn	7
3	Thuốc thử (viết tắt: R) – Yêu cầu kỹ thuật – Seri thứ nhất	8
	R 41 Axetic anhydrit	9
	R 42 Amoni sắt(II) sulfat hexahydrat	11
	R 43 Amoni sắt(III) sulfat dodecahydrat	13
	R 44 Amoni nitrat	15
	R 45 Amoni sulfat	18
	R 46 Amoni thioxyanat	20
	R 47 Bari hydroxit octahydrat	22
	R 48 Benzen	24
	R 49 2,2'-Bipyridyl	27
	R 50 Axit boric	28
	R 51 Brom	30
	R 52 1-Butanol, butyl alcohol	32
	R 53 Canxi cacbonat	34
	R 54 Cacbon tetraclorea	36
	R 55 Coban(II) clorua hexahydrat	38
	R 56 Diamoni oxalat monohydrat	40
	R 57 Diclometan	42
	R 58 Dietyl ete	44
	R 59 Dimetylformamit	47
	R 60 1,4-Dioxan	49
	R 61 Dinatri tetraborat decahydrat	51
	R 62 Etyl axetat	53
	R 63 Dung dịch formaldehyt	55
	R 64 Glycerol	57
	R 65 Hexaamoni heptamolyphat tetrahydrat	61
	R 66 Axit bromhydric	63
	R 67 Axit flohydric	65
	R 68 Iot	67
	R 69 Sắt(II) sulfat heptahydrat	68
	R 70 Axit L-ascrobic	71

R 71	Chì(II) axetat trihydrat	73
R 72	Thuỷ ngân(II) clorua	75
R 73	Rượu dầu mỏ 40/60	77
R 74	Phospho(V) oxit	79
R 75	Kali bromat	81
R 76	Kali cacbonat	83
R 77	Kali clorua	86
R 78	Kali xyanua	89
R 79	Kali dihydro phosphat	91
R 80	Kali hexaxyanoferrat(II) trihydrat	94
R 81	Kali hexaxyanoferrat (III)	95
R 82	Kali hydro phtalat	97
R 83	Kali iodat	99
R 84	Kali nitrat	102
R 85	Kali sulfat	105
R 86	Kali thioxyanat	107
R 87	2-Propanol	109
R 88	Natri florua	111
R 89	Natri hydro cacbonat	114
R 90	Natri nitrat	117
R 91	Natri peroxit	120
R 92	Tinh bột, tan	122
R 93	(+)-Axit tartaric	123
R 94	Trinatri xitrat dihydrat	125
R 95	Xylen	128
R 96	Kẽm clorua	131
R 97	Kẽm sulfat heptahydrat	133

Lời nói đầu

TCVN 7764-3 : 2007 thay thế các TCVN 2221-77, 2842-79, 3291-80, 3739-82, 4066-85, 4294-86, 4321-86, 4322-86.

TCVN 7764-3 : 2007 hoàn toàn tương đương ISO 6353-3 : 1987.

TCVN 7764-3 : 2007 do Tiểu Ban kỹ thuật Tiêu chuẩn TCVN/TC47/SC2 Hoá học – Phương pháp thử biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

TCVN 7764 : 2007 với tên chung *Thuốc thử dùng trong phân tích hoá học*, bao gồm các phần sau:

- TCVN 7764-1 : 2007 (ISO 6353-1 : 1982) Phần 1: Phương pháp thử chung;
- TCVN 7764-2 : 2007 (ISO 6353-2 : 1983) Phần 2: Yêu cầu kỹ thuật – Seri thứ nhất;
- TCVN 7764-3 : 2007 (ISO 6353-3 : 1987) Phần 3: Yêu cầu kỹ thuật – Seri thứ hai.

Thuốc thử dùng trong phân tích hoá học – Phần 3: Yêu cầu kỹ thuật – Seri thứ hai

*Reagents for chemical analysis –
Part 3: Specifications – Second series*

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định các yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử sử dụng để kiểm tra sự phù hợp với yêu cầu kỹ thuật đối với các thuốc thử của seri thứ hai được sử dụng trong hoá học phân tích, hệ thống số thứ tự tiếp theo seri thứ nhất qui định trong TCVN 7764-2 : 2007.

Tiêu chuẩn này được sử dụng cùng với TCVN 7764-1 : 2007, mô tả các phương pháp thử chung (GM) có thể áp dụng đối với các yêu cầu của tiêu chuẩn thuốc thử và qui định những thông tin chung cần thiết để sử dụng đúng tiêu chuẩn.

Mô tả cách chuẩn bị của các dung dịch sau đây được chỉ rõ trong điều 4 của TCVN 7764-1 : 2007.

- Dung dịch tiêu chuẩn (SS) pha loãng I, II và III;
- Dung dịch thuốc thử (RS);
- Dung dịch chỉ thị (IS).

Trong tiêu chuẩn này, những số viện dẫn có đánh dấu hoa thị xem trong TCVN 7764-1 : 2007.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau đây rất cần thiết khi áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các bản sửa đổi (nếu có).

TCVN 7764-1 : 2007 (ISO 6353-1 : 1982) Thuốc thử dùng trong phân tích hoá học – Phần 1: Phương pháp thử chung.

3 Thuốc thử (viết tắt: R), Yêu cầu kỹ thuật – Seri thứ hai

Qui định chung

- 1) Trong tất cả các phép thử liên quan đến so sánh với dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, kết quả (ví dụ cường độ màu) thu được trên dung dịch thử không được lớn hơn kết quả thu được trên dung dịch đối chứng tiêu chuẩn xác định.
- 2) Không thực hiện phép đo màu đối với tất cả phép xác định sắt theo ISO 66585 mà chỉ sử dụng dung dịch đối chứng đã cho trong qui định riêng liên quan;
- 3) Tên thông thường của chất chỉ thị được sử dụng trong các điều và tên IUPAC cho trong chú thích cuối trang.

R 41 Axetic anhydrit (CH₃CO)₂O

Khối lượng phân tử tương đối: 102,09

R 41.1 Yêu cầu kỹ thuật

Thuốc thử [(CH ₃ CO) ₂ O], %, không nhỏ hơn	97,0
Cặn còn lại sau khi bay hơi, %, không lớn hơn	0,003
Clorua (Cl), %, không lớn hơn	0,000 5
Sulfat (SO ₄), %, không lớn hơn	0,000 5
Đồng (Cu), %, không lớn hơn	0,000 1
Sắt (Fe), %, không lớn hơn	0,000 5
Chì (Pb), %, không lớn hơn	0,000 1
Các chất khử dicromat (tính theo O), %, không lớn hơn	0,02

R 41.2 Chuẩn bị dung dịch thử

Pha loãng 37 ml (40 g) mẫu đến thể tích 200 ml bằng nước (1 ml $\hat{=}$ 0,2 g).

R 41.3 Phép thử

R 41.3.1 Thuốc thử

Dùng pipet lấy 50 ml dung dịch morpholin metanolic (RS) ¹⁾ vào bình định mức thuỷ tinh dung tích 250 ml có nút. Để thử, cân chính xác 1,8 g đến 2,0 g axetic anhydrit từ pipet Lunge vào bình định mức thử nhất và lắc để hoà tan. Giữ lại bình định mức thử hai để xác định lượng morpholin đã trộn với mẫu. Để yên các bình định mức ở nhiệt độ phòng trong 5 phút. Thêm 0,20 ml đến 0,25 ml dung dịch chỉ thị hỗn hợp metyl vàng – metylen xanh (IS) ²⁾.

¹⁾ Dung dịch thuốc thử (RS)

a) **Axit clohydric metanolic**, dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn, c(HCl) = 0,5 mol/l.

Chuyển 84 ml axit clohydric, c(HCl) = 6 mol/l, vào bình định mức dung tích 1 000 ml và pha loãng đến vạch mức bằng metanol (R 18). Hằng ngày chuẩn hoá dựa vào dung dịch natri hydroxit chuẩn độ tiêu chuẩn, c(NaOH) = 0,5 mol/l, sử dụng 0,2 ml chỉ thị phenolphthalein (IS 4.3.9¹⁾), tên IUPAC: [3,3-bis(4-hydroxyphenyl)phtalit]. Tốt nhất là sử dụng buret tự động để chuẩn độ.

b) **Morpholin**, dung dịch metanolic 0,5 mol/l.

Pha loãng 44 ml morpholen đã cất lại đến 1 lít bằng metanol (R 18). Để dễ dàng loại bỏ dung dịch, đập bình bằng nút cao su hai lỗ và cho pipet dung tích 50 ml qua một lỗ sao cho đầu nhúng chìm dưới bề mặt chất lỏng. Lắp một ống thuỷ tinh ngắn vào lỗ kia để gắn đầu phun cao su.

²⁾ Dung dịch chỉ thị (IS)

Metyl vàng – metylen xanh, dung dịch hỗn hợp.

Hoà tan 1,0 metyl vàng CI 11020 và 0,1 g metylen xanh CI 52015 trong 125 ml metanol (R 18).

Tên IUPAC: N,N-dimetyl-4-(phenylazo)anilin.

Tên IUPAC: 3,7-bis(dimetyl-amino 5)⁶ phenothiazin-5-yl clorua.

TCVN 7764-3 : 2007

Chuẩn độ mỗi dung dịch bằng dung dịch axit clohydric metanolic chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{HCl}) = 0,5 \text{ mol/l}$ ¹⁾, kết thúc chuẩn độ dung dịch chuyển từ màu xanh sang màu hổ phách.

1,00 ml dung dịch axit clohydric metanolic, $c(\text{HCl}) = 0,500 \text{ mol/l}$, tương đương với 0,051 05 g $(\text{CH}_3\text{CO})_2\text{O}$.

R 41.3.2 Cặn còn lại sau khi bay hơi

Lấy 50 g (46 ml) mẫu và áp dụng GM 14 sấy khô cặn trong 30 phút.

Khối lượng cặn không được quá 1,5 mg.

R 41.3.3 Clorua

Pha loãng 10 ml dung dịch thử (R 41.2) đến thể tích 20 ml với nước và áp dụng GM 2.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 1 ml clorua SS III (1 ml $\hat{=}$ 0,000 5 % Cl).

R 41.3.4 Sulfat

Lấy 50 ml dung dịch thử (R 41.2) thêm 1 ml dung dịch natri cacbonat (1 %) và làm bay hơi đến khô cạn trên bếp cách thủy. Hoà tan cặn trong 10 ml nước và áp dụng GM 3.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 5 ml sulfat SS II (5 ml $\hat{=}$ 0,000 5 % SO_4).

R 41.3.5 Đồng, sắt và chì

Xác định những nguyên tố này bằng AAS theo GM 29, sử dụng các điều kiện sau:

Nguyên tố	Nồng độ dung dịch	Ngọn lửa	Vạch cộng hưởng nm
Cu	Làm bay hơi 37 ml (40 g) mẫu, hoà tan cặn bằng 3 ml axit clohydric ẩm (R 13) và pha loãng đến thể tích 20 ml bằng nước	Axetylen-không khí	324,7
Fe			248,3
Pb			217,0

R 41.3.6 Các chất khử permanganat

Lấy 10 ml dung dịch thử (R 41.2) 0,5 ml dung dịch kali permanganat (0,32 %) và để yên trong 5 phút.

Màu hồng của dung dịch thu được phải không được biến mất hoàn toàn.

R 42 Amoni sắt(II) sulfat hexahydrat (NH₄)₂Fe(SO₄)₂·6H₂O

Khối lượng phân tử tương đối: 392,14

R 42.1 Yêu cầu kỹ thuật

Thuốc thử [(NH ₄) ₂ Fe(SO ₄) ₂ ·6H ₂ O], %, không nhỏ hơn	99
pH (dung dịch 5 %)	3 đến 5
Clorua (Cl), %, không lớn hơn	0,001
Phosphat (PO ₄), %, không lớn hơn	0,002
Canxi (Ca), %, không lớn hơn	0,01
Đồng (Cu), %, không lớn hơn	0,002
Sắt(III) (Fe), %, không lớn hơn	0,02
Chì (Pb), %, không lớn hơn	0,002
Magie (Mg), %, không lớn hơn	0,01
Mangan (Mn), %, không lớn hơn	0,05
Kali (K), %, không lớn hơn	0,01
Natri (Na), %, không lớn hơn	0,01
Kẽm (Zn), %, không lớn hơn	0,003

R 42.2 Chuẩn bị dung dịch thử

Hoà tan 10 g mẫu trong nước, thêm 2 ml dung dịch axit sulfuric (96 %) và pha loãng đến thể tích 200 ml (dung dịch phải trong).

R 42.3 Phép thử

R 42.3.1 Thuốc thử

Cân khoảng 1,5 g mẫu, chính xác đến 0,000 1 g, hoà tan trong nước và thêm 20 ml dung dịch axit sulfuric (16 %), thêm 2 ml axit phosphoric (R 22).

Chuẩn độ bằng dung dịch kali permanganat chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(1/5 \text{ KMnO}_4) = 0,1 \text{ mol/l}$, đến khi dung dịch có màu hồng nhạt.

1,00 ml dung dịch kali permanganat, $c(1/5 \text{ KMnO}_4) = 0,100 \text{ mol/l}$, tương đương với 0,039 214 g (NH₄)₂Fe(SO₄)₂·6H₂O).

R 42.3.2 pH

Xác định pH của dung dịch 5 % của mẫu theo GM 31.1, sử dụng thiết bị đo pH đã hiệu chuẩn.

R 42.3.3 Clorua

Lấy 30 ml dung dịch thử (R 42.2), thêm 5 ml axit nitric (R 19), đun đến sôi, để nguội và áp dụng GM 2.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 10 ml dung dịch thử và 1 ml clorua SS II ($1 \text{ ml} \doteq 0,001 \% \text{ Cl}$).

R 42.3.4 Phosphat

Hoà tan 1 g mẫu trong 20 ml nước, oxi hoá bằng 4 ml axit nitric (R 19) và loại bỏ oxit nitơ bằng cách đun sôi. Để nguội, pha loãng đến thể tích 80 ml bằng nước và áp dụng GM 4.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 2 ml phosphat SS II ($2 \text{ ml} \doteq 0,002 \% \text{ PO}_4$).

R 42.3.5 Canxi, đồng, sắt và chì

Xác định những nguyên tố này bằng AAS theo GM 29, sử dụng các điều kiện sau:

Nguyên tố	Nồng độ dung dịch	Ngọn lửa	Vạch cộng hưởng nm
Ca	Dung dịch thử (R 42.2)	Axetylen-không khí	422,7
Cu			324,7
Pb			217,0 hoặc 283,3
Mg	10 ml dung dịch thử (R 42.2) pha loãng đến thể tích 100 ml		285,2
Mn			279,5
Zn	Dung dịch thử (R 42.2)		213,9

R 42.3.6 Sắt(III)

Hoà tan 0,5 g mẫu trong 10 ml nước không có cacbon dioxit có chứa 0,5 ml dung dịch axit clohydric (25 %). Thêm 2 ml dung dịch axit 5-sulfosalicylic (10 %) và đậy kín ống thử.

Sau 15 phút, màu đỏ của dung dịch thu được không được đậm hơn màu của dung dịch đối chứng tiêu chuẩn chuẩn bị tương tự, sử dụng 5 ml sắt SS II ($5 \text{ ml} \doteq 0,01 \% \text{ Fe}$).

R 42.3.7 Kali và natri

Xác định những nguyên tố này bằng FES theo GM 30, sử dụng các điều kiện sau:

Nguyên tố	Nồng độ dung dịch	Ngọn lửa	Bước sóng nm
K	1 %	Oxy-axetylen	766,5
Na			589,0

R 43 Amoni sắt(III) sulfat dodecahydrat $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$

Khối lượng phân tử tương đối: 482,18

R 43.1 Yêu cầu kỹ thuật

Thuốc thử $[\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$, %, không nhỏ hơn	99,0
Tạp chất không tan trong nước, %, không lớn hơn	0,005
Clorua (Cl), %, không lớn hơn	0,000 5
Đồng (Cu), %, không lớn hơn	0,002
Sắt(II) (Fe), %, không lớn hơn	0,001
Chì (Pb), %, không lớn hơn	0,001
Magie (Mg), %, không lớn hơn	0,001
Mangan (Mn), %, không lớn hơn	0,005
Kali (K), %, không lớn hơn	0,01
Natri (Na), %, không lớn hơn	0,01
Kẽm (Zn), %, không lớn hơn	0,003

R 43.2 Phép thử

R 43.2.1 Thuốc thử

Cân khoảng 2 g mẫu, chính xác đến 0,000 1 g, hoà tan trong 20 ml nước, thêm 5 ml dung dịch axít clohydric (15 %), 3 g kali iodua (R 25) và để ở chỗ tối trong 5 phút.

Chuẩn độ bằng dung dịch natri thiosulfat chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$, sử dụng chỉ thị tinh bột (IS 4.3.11').

1,00 ml dung dịch natri thiosulfat, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,100 \text{ mol/l}$, tương đương với 0,048 22 g $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$.

R 43.2.2 Tạp chất không tan trong nước

Lấy 20 g mẫu và áp dụng GM 1.

Khối lượng cặn không được vượt quá 1 mg.

R 43.2.3 Clorua

Hoà tan 2 g mẫu trong 50 ml nước và áp dụng GM 2.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 1 ml clorua SS II (1 ml $\hat{=}$ 0,000 5 % Cl).

R 43.2.4 Đồng, chì, magie, mangan và kẽm

Xác định những nguyên tố này bằng AAS theo GM 29, sử dụng các điều kiện sau:

Nguyên tố	Nồng độ dung dịch	Ngọn lửa	Vạch cộng hưởng nm
Cu	10 %	Axetylen-không khí	324,7
Pb			217,0 hoặc 283,3
Mn			279,5
Mg	1 %		285,2
Zn			213,9

R 43.2.5 Sắt(II)

Hoà tan 1,5 g mẫu trong 30 ml nước, thêm 1 ml axit sulfuric (15 %) và 0,1 ml dung dịch kali hexacyanoferrat(III) (5 %) vừa mới chuẩn bị.

So sánh màu xanh của dung dịch thu được với màu của dung dịch được chuẩn bị từ 0,5 g mẫu, 30 ml nước, 1 ml axit sulfuric (15 %), 0,1 ml dung dịch kali hexacyanoferrat(III) (5 %) vừa mới chuẩn bị và 0,1 ml dung dịch có chứa 0,5 g $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ + 10 ml axit sulfuric (15 %) trong 1 000 ml, [(0,1 ml $\hat{=}$ 0,001 % Fe(II))].

R 43.2.6 Kali và natri

Xác định những nguyên tố này bằng FES theo GM 30, sử dụng các điều kiện sau:

Nguyên tố	Nồng độ dung dịch	Ngọn lửa	Bước sóng nm
K	2 %	Axetylen-không khí	766,5
Na	1 %		589,0

R 44 Amoni nitrat

Khối lượng phân tử tương đối: 80,04

R 44.1 Yêu cầu kỹ thuật

Thuốc thử (NH_4NO_3), %, không nhỏ hơn	99
Tro sulfat, %, không lớn hơn	0,01
pH (dung dịch 5 %)	4,5 đến 6,0
Canxi (Ca), %, không lớn hơn	0,003
Clorua (Cl), %, không lớn hơn	0,000 5
Nitrit (NO_2), %, không lớn hơn	0,000 5
Phosphat (PO_4), %, không lớn hơn	0,001
Sulfat (SO_4), %, không lớn hơn	0,005
Đồng (Cu), %, không lớn hơn	0,000 5
Sắt (Fe), %, không lớn hơn	0,000 5
Kim loại nặng (tính theo Pb), %, không lớn hơn	0,000 5

R 44.2 Chuẩn bị dung dịch thử

Hoà tan 20 g mẫu trong 100 ml nước (dung dịch phải trong và không màu) và pha loãng đến 200 ml.

R 44.3 Phép thử**R 44.3.1 Thuốc thử**

Cân khoảng 3 g mẫu, chính xác đến 0,000 1 g và hoà tan trong khoảng 50 ml nước.

Cho vào dung dịch này hỗn hợp gồm 20 ml dung dịch formaldehyt (R 63) và 20 ml nước, trung hoà bằng dung dịch natri hydroxit chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/l}$, sử dụng 0,2 ml chỉ thị phenolphthalein (IS 4.3.9*). Lắc đều, để yên trong 30 phút, sau đó chuẩn độ bằng dung dịch natri hydroxit chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/l}$, đến khi dung dịch có màu hồng nhạt bền trong 5 phút.

1,00 ml dung dịch natri hydroxit, $c(\text{NaOH}) = 1,000 \text{ mol/l}$, tương đương với 0,080 04 g NH_4NO_3 .

R 44.3.2 Tro sulfat

Lấy 10 g mẫu và áp dụng GM 16.

Khối lượng của cặn không được vượt quá 1 mg.

Giữ lại cặn để xác định sắt.

R 44.3.3 pH

Xác định pH của dung dịch 5 % của mẫu theo GM 31.1, sử dụng điện cực chỉ thị thủy tinh.

R 44.3.4 Canxi

Xác định những nguyên tố này bằng AAS theo GM 29, sử dụng các điều kiện sau:

Nguyên tố	Nồng độ dung dịch	Ngọn lửa	Vạch cộng hưởng nm
Ca	10 %	Axetylen-không khí	422,7

R 44.3.5 Clorua

Lấy 20 ml dung dịch thử (R 44.2) và áp dụng GM 2.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 1 ml clorua SS II (1 ml $\cong$ 0,000 5 % Cl).

R 44.3.6 Nitrit

Hoà tan 2 g trong 10 ml nước, 1 ml dung dịch axit sulfuric 10 % và 1 ml dung dịch *m*-phenylendiamin dihydroclorua (0,5 %).

Màu nâu hơi vàng của dung dịch thu được không được đậm hơn màu của dung dịch đối chứng tiêu chuẩn chuẩn bị tương tự, sử dụng 1 ml nitrit SS II (1 ml $\cong$ 0,000 5 % NO₂).

CHÚ THÍCH Dung dịch phenylendiamin phải không màu; hoặc phải được khử màu bằng than hoạt tính.

R 44.3.7 Phosphat

Lấy 20 ml dung dịch thử (R 44.2) và áp dụng GM 4.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 2 ml phosphat SS II (2 ml $\cong$ 0,001 % PO₄).

R 44.3.8 Sulfat

Hoà tan 2 g mẫu trong 10 ml nước ấm, thêm 1 ml dung dịch natri cacbonat (1 %), làm bay hơi và nung đến khi amoni nitrat bay hơi. Cho vào cặn 10 ml nước, 1 ml dung dịch axit clohydric (3,65 %) và vài giọt nước brom, đun sôi trong 1 phút. Lọc, rửa bằng nước (nếu cần), pha loãng dung dịch đến thể tích 20 ml và áp dụng GM 3.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 1 ml sulfat SS II (1 ml $\cong$ 0,002 % SO₄).

R 44.3.9 Sắt

Xác định những nguyên tố này bằng AAS theo GM 29, sử dụng 30 g mẫu và các điều kiện sau:

Nguyên tố	Nồng độ dung dịch	Ngọn lửa	Vạch cộng hưởng nm
Fe	Hoà tan cặn "tro sulfat" với 3 ml axit clohydric ấm (R 13) và pha loãng bằng nước đến 50 ml	Axetylen-không khí	248,3

R 44.3.10 Các kim loại nặng

Lấy 20 ml dung dịch thử (R 44.2) và áp dụng GM 7.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 1 ml chì SS II (1 ml $\hat{=}$ 0,000 5 % Pb).

R 45 Amoni sulfat (NH₄)₂SO₄

Khối lượng phân tử tương đối: 132,14

R 45.1 Yêu cầu kỹ thuật

Thuốc thử [(NH ₄) ₂ SO ₄], %, không nhỏ hơn	99,0
Tro sulfat, %, không lớn hơn	0,01
pH (dung dịch 5 %)	4,8 đến 6,0
Clorua (Cl), %, không lớn hơn	0,000 5
Phosphat (PO ₄), %, không lớn hơn	0,000 5
Arsen (As), %, không lớn hơn	0,000 02
Sắt (Fe), %, không lớn hơn	0,000 5
Kim loại nặng (tính theo Pb), %, không lớn hơn	0,000 5

R 45.2 Chuẩn bị dung dịch thử

Hoà tan 20 g mẫu trong 100 ml nước (dung dịch phải trong và không màu) và pha loãng đến thể tích 200 ml.

R 45.3 Phép thử

R 45.3.1 Thuốc thử

Cân 2 g mẫu, chính xác đến 0,000 1 g và hoà tan trong 40 ml nước.

Cho vào dung dịch này hỗn hợp gồm 20 ml dung dịch formaldehyt (R 63) và 20 ml nước, trung hoà bằng dung dịch natri hydroxit chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/l}$, sử dụng 0,2 ml chỉ thị phenolphthalein (IS 4.3.9*). Lắc đều, để yên trong 30 phút, sau đó chuẩn độ với dung dịch natri hydroxit chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/l}$, đến khi dung dịch có màu hồng nhạt bền trong 5 phút.

1,00 ml dung dịch natri hydroxit, $c(\text{NaOH}) = 1,000 \text{ mol/l}$, tương đương với 0,066 07 g (NH₄)₂SO₄.

R 45.3.2 Tro sulfat

Lấy 10 g mẫu và áp dụng GM 16.

Khối lượng của cặn không được vượt quá 1 mg.

Giữ lại cặn để xác định sắt.

R 45.3.3 pH

Xác định pH của dung dịch 5 % của mẫu theo GM 31.1, sử dụng điện cực chỉ thị thủy tinh.

R 45.3.4 Clorua

Lấy 20 ml dung dịch thử (R 45.2) và áp dụng GM 2.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 1 ml clorua SS II ($1 \text{ ml} \hat{=} 0,0005 \% \text{ Cl}$).

R 45.3.5 Phosphat

Lấy 20 ml dung dịch thử (R 45.2) và áp dụng GM 4.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 2 ml phosphat SS II ($2 \text{ ml} \hat{=} 0,001 \% \text{ PO}_4$).

R 45.3.6 Arsen

Lấy 50 ml dung dịch thử (R 45.2) và áp dụng GM 11

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 1 ml arsen SS III ($1 \text{ ml} \hat{=} 0,00002 \% \text{ As}$).

R 45.3.7 Sắt

Xác định những nguyên tố này bằng AAS theo GM 29, sử dụng 30 g mẫu và các điều kiện sau:

Nguyên tố	Nồng độ dung dịch	Ngọn lửa	Vạch cộng hưởng nm
Fe	Hoà tan cạn "tro sulfat" với 3 ml axit clohydric ấm (R 13) và pha loãng bằng nước đến 50 ml	Axetylen-không khí	248,3

R 45.3.8 Các kim loại nặng

Lấy 20 ml dung dịch thử (R 45.2) và áp dụng GM 7.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 1 ml chì SS II ($1 \text{ ml} \hat{=} 0,0005 \% \text{ Pb}$).

R 46 Amoni thioxyanat NH_4SCN

Khối lượng phân tử tương đối: 76,12

R 46.1 Yêu cầu kỹ thuật

Thuốc thử (NH_4SCN), %, không nhỏ hơn	98,0
pH (dung dịch 5 %)	4,5 đến 6,0
Clorua (Cl), %, không lớn hơn	0,005
Sulfat (SO_4), %, không lớn hơn	0,005
Sulfua (S), %, không lớn hơn	0,001
Đồng (Cu), %, không lớn hơn	0,000 5
Sắt (Fe), %, không lớn hơn	0,000 5
Các chất phá huỷ iot (tính theo I), %, không lớn hơn	0,025
Tro sulfat, %, không lớn hơn	0,03

R 46.2 Phép thử

R 46.2.1 Thuốc thử

Cân 0,28 g đến 0,32 g mẫu, chính xác đến 0,000 1 g và hoà tan trong 50 ml nước.

Cho vào dung dịch này 5 ml dung dịch axit nitric (25 %) và 50,0 ml dung dịch bạc nitrat chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{AgNO}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$. Chuẩn độ bằng dung dịch kali thioxyanat chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{KSCN}) = 0,1 \text{ mol/l}$, sử dụng chỉ thị amoni sắt(III) sulfat (IS 4.3.1*) đến khi dung dịch xuất hiện màu hồng đầu tiên.

1,00 ml dung dịch bạc nitrat, $c(\text{AgNO}_3) = 0,100 \text{ mol/l}$, tương đương với 0,007 612 g NH_4SCN .

R 46.2.2 pH

Xác định pH của dung dịch 5 % của mẫu theo GM 31.1, sử dụng điện cực chỉ thị thuỷ tinh.

R 46.2.3 Clorua

Hoà tan 1 g mẫu trong 15 ml nước, thêm 10 ml hydro peroxit (R 14) và 2 ml dung dịch natri hydroxit (10 %). Đun nhẹ và lắc cẩn thận. Sau khi phản ứng kết thúc, thêm 10 ml hydro peroxit (R 14), đun sôi trong 5 phút, để nguội, thêm 10 ml dung dịch axit nitric (25 %) và pha loãng bằng nước đến thể tích 50 ml. Áp dụng GM 2.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 5 ml clorua SS II và các lượng thuốc thử đã sử dụng trong phép thử ($5 \text{ ml} \cong 0,005 \% \text{ Cl}$).

R 46.2.4 Sulfat

Hoà tan 2 g mẫu trong 20 ml nước và áp dụng GM 3.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 1 ml sulfat SS II ($1 \text{ ml} \cong 0,005 \% \text{ SO}_4$).

R 46.2.5 Sulfua

Hoà tan 2 g mẫu trong 20 ml nước, thêm 20 ml amoniac (R 3) và 3 ml dung dịch bạc nitrat (1,7 %).

CẢNH BÁO - Dung dịch bạc amoniac có thể gây nổ; cần loại bỏ dung dịch ngay sau khi thử nghiệm.

So sánh màu sẫm của dung dịch thu được với màu được tạo ra theo cách tương tự của 2 ml sulfua SS II được chuẩn bị bằng cách pha loãng sulfua vừa mới chuẩn bị ($2 \text{ ml} \cong 0,001 \% \text{ S}$).

R 46.2.6 Đồng, sắt và chì

Xác định những nguyên tố này bằng AAS theo qui trình chiết dung môi trong GM 35, sử dụng các điều kiện sau:

Nguyên tố	Nồng độ dung dịch	Ngọn lửa	Vạch cộng hưởng nm
Cu	5 %	Axetylen-không khí	324,7
Pb			217,0 hoặc 283,3
Fe	20 %		248,3

R 46.2.7 Các chất phá huỷ iot

Hoà tan 5 g trong 45 ml nước, thêm 1 ml dung dịch axit sulfuric (20 %), 1 ml kali iodua (R 25) và chuẩn độ bằng dung dịch iot chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(1/2 \text{ I}_2) = 0,01 \text{ mol/l}$, sử dụng chỉ thị tinh bột (IS 4.3.11').

Thể tích chuẩn độ không được vượt quá 1 ml ($1 \text{ ml} \cong 0,025 \% \text{ I}$).

R 46.2.8 Tro sulfat

Lấy 10 g mẫu và áp dụng GM 16.

Khối lượng của cặn không được vượt quá 3 mg.

R 47 Bari hydroxit octahydrat

$\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$

Khối lượng phân tử tương đối: 315,48

R 47.1 Yêu cầu kỹ thuật

Thuốc thử $[\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}]$, %, không nhỏ hơn	98,0
Các chất không tan trong axit clohydric, %, không lớn hơn	0,005
Cacbonat (tính theo BaCO_3), %, không lớn hơn	2,0
Clorua, %, không lớn hơn	0,001
Sulfua (S), %, không lớn hơn	0,001
Canxi (Ca), %, không lớn hơn	0,05
Sắt(II) (Fe), %, không lớn hơn	0,001
Chì (Pb), %, không lớn hơn	0,001
Stronti (Sr), %, không lớn hơn	1,5

R 47.2 Phép thử

R 47.2.1 Thuốc thử

Cân khoảng 6 g mẫu, chính xác đến 0,000 1 g và hoà tan trong 100 ml nước không có cacbon đioxit và chuẩn độ bằng dung dịch axit clohydric chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{HCl}) = 1 \text{ mol/l}$, sử dụng chỉ thị phenolphthalein (IS 4.3.9').

Giữ lại dung dịch để thử cacbonat.

1,00 ml dung dịch axit clohydric, $c(\text{HCl}) = 1,000 \text{ mol/l}$, tương đương với 0,157 7 g $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$.

R 47.2.2 Các chất không tan trong axit clohydric

Hoà tan 20 g mẫu trong hỗn hợp gồm 15 ml axit clohydric (R 13) và 400 ml nước. Pha loãng bằng nước đến thể tích 500 ml và lọc qua phễu lọc thủy tinh xốp P 40 (đường kính lỗ 16 μm đến 40 μm), rửa cặn bằng nước và sấy khô đến khối lượng không đổi ở nhiệt độ 105 °C.

Khối lượng của cặn không được vượt quá 1 mg.

R 47.2.3 Cacbonat

Thêm 2,0 ml dung dịch axit clohydric chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{HCl}) = 1 \text{ mol/l}$ vào dung dịch được giữ lại trong thuốc thử (R 47.2.1), đun sôi, để nguội và chuẩn độ bằng dung dịch natri hydroxit chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/l}$.

Thể tích chuẩn độ không được ít hơn 0,75 ml (0,75 ml $\hat{=}$ 2,0 % BaCO_3).

R 47.2.4 Clorua

Hoà tan 1 g mẫu trong hỗn hợp gồm 2 ml dung dịch axit nitric (25 %) và 48 ml nước. Đun sôi trong 1 phút, để nguội và áp dụng GM 2.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 1 ml clorua SS II ($1 \text{ ml} \hat{=} 0,001 \% \text{ Cl}$).

R 47.2.5 Sulfua

Hoà tan 1 g mẫu trong hỗn hợp gồm 4 ml nước và 5 ml axit axetic (R 1). Thêm 0,5 ml chỉ axetic (gốc) (IS 4.2.10').

So sánh màu sẫm của dung dịch thu được với màu được tạo ra theo cách tương tự của 1 ml sulfua SS II được chuẩn bị bằng cách pha loãng sulfua vừa mới chuẩn bị ($1 \text{ ml} \hat{=} 0,001 \% \text{ S}$).

R 47.2.6 Canxi, sắt, chì và stronti

Xác định những nguyên tố này bằng AAS theo GM 29, sử dụng các điều kiện sau:

Nguyên tố	Nồng độ dung dịch	Ngọn lửa	Vạch cộng hưởng nm
Ca	0,5 %	Axetylen-không khí	422,7
Sr			460,7
Fe	Hoà tan 3 g mẫu trong 150 ml nước và áp dụng qui trình chiết dung môi theo GM 35		248,3
Pb	217,0 hoặc 283,3		

R 48 Benzen

Khối lượng phân tử tương đối: 78,11

R 48.1 Yêu cầu kỹ thuật

Màu theo đơn vị Hazen, không lớn hơn	10
Khối lượng riêng ở 20 °C, g/ml	0,877 đến 0,879
Thuốc thử (C_6H_6), %, không nhỏ hơn	99,5
Điểm đóng băng, °C, không nhỏ hơn	5,2
Cặn còn lại sau khi bay hơi, %, không lớn hơn	0,001
Độ axit (tính bằng milimol H^+), không lớn hơn	0,01/100 g
Độ kiềm (tính bằng milimol OH^-), không lớn hơn	0,01/100 g
Các chất dễ bị cacbon hoá	đạt
Các hợp chất sulfua (tính theo S), %, không lớn hơn	0,003
Thiophen (C_4H_4S), %, không lớn hơn	0,000 2
Nước, %, không lớn hơn	0,01

R 48.2 Phép thử**R 48.2.1 Màu theo đơn vị Hazen**

Áp dụng GM 36.

R 48.2.2 Khối lượng riêng

Áp dụng GM 24.1.

R 48.2.3 Thuốc thử

Áp dụng GM 34, sử dụng các điều kiện sau:

Pha tĩnh	Apiezon L 15 % hoặc dầu silicon
Chất mang	Chromosorb P [0,15 mm đến 0,18 mm (80 mesh đến 100 mesh ASTM)]
Chiều dài cột, m	2 đến 4
Đường kính trong của cột, mm	3
Vật liệu cột	Thép không gỉ hoặc thủy tinh
Nhiệt độ cột, °C	70
Nhiệt độ bơm, °C	100

Nhiệt độ detector, °C	Khoảng 200
Kiểu detector	Ngọn lửa ion hoá
Khí mang	Nitơ
Tốc độ dòng, ml/min	Khoảng 30
Phần mẫu thử, µl	0,1

R 48.2.4 Điểm đóng băng

Áp dụng GM 25.3.

R 48.2.5 Cặn còn lại sau khi bay hơi

Lấy 100 g (114 ml) mẫu và áp dụng GM 14, sấy khô cặn trong 30 phút.

Khối lượng của cặn không được vượt quá 1 mg.

R 48.2.6 Độ axit

Lấy 88 g (100 ml) mẫu và áp dụng GM 13.2, chuẩn độ bằng dung dịch natri hydroxit chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{NaOH}) = 0,01 \text{ mol/l}$, và sử dụng chỉ thị phenolphthalein (IS 4.3.9¹⁾).

Thể tích chuẩn độ không được vượt quá 0,45 ml.

R 48.2.7 Độ kiềm

Lấy 88 g (100 ml) mẫu và áp dụng GM 13.2, chuẩn độ bằng dung dịch axit sulfuric chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 0,01 \text{ mol/l}$, và sử dụng chỉ thị metyl đỏ (IS 4.3.6¹⁾).

Thể tích chuẩn độ không được vượt quá 0,45 ml.

R 48.2.8 Chất dễ bị cacbon hoá

Lắc 8,8 g (10 ml) mẫu với 5 ml dung dịch axit sulfuric (95,4 % $\pm$ 0,5 %) trong 15 giây đến 20 giây và để yên trong 15 phút.

Lớp benzen phải là không màu và màu của lớp axit không được đậm hơn màu của dung dịch tiêu chuẩn có chứa (tính trong một lít) 5 g coban(II) clorua hexahydrat, 40 g sắt(III) clorua hexahydrat và 20 ml axit clohydric (R 13).

R 48.2.9 Hợp chất sulfua

Lấy 2 g (2,3 ml) mẫu và áp dụng GM 21.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 6 ml sulfua SS II (6 ml $\pm$ 0,003 % S).

¹⁾ Tên IUPAC: 2-[4-(dimethylamino) phenylazo]

R 48.2.10 Thiophen

Cẩn thận cho 5 ml mẫu để tạo thành một lớp riêng trên 5 ml isatin (IS 4.3.4') ²⁾ trong ống thử sạch, khô và để yên trong 1 h.

R 48.2.11 Nước

Lấy 17,6 g hoặc 18 g (20 ml) mẫu và áp dụng GM 12, sử dụng 20 ml metanol (R 18) làm dung môi.

²⁾ Tên IUPAC: indolin-2,3-dion

R 49 2,2' -Bipyridyl (C₅H₄N)₂

Khối lượng phân tử tương đối: 156,19

R 49.1 Yêu cầu kỹ thuật

Thuốc thử (C ₁₀ H ₈ N ₂), %, không nhỏ hơn	99,5
Chất không tan trong axit và tạp chất nhuộm màu	đạt
Khoảng nóng chảy, °C	69,0 đến 72,0
Tro sulfat, %, không lớn hơn	0,2

R 49.2 Phép thử

R 49.2.1 Thuốc thử

Cân 0,6 g mẫu, chính xác đến 0,000 1 g và hoà tan trong 50 ml axit axetic (R 1).

Cho vào dung dịch này 0,4 ml dung dịch 1-naphtholbenzein ¹⁾ [0,1 % pha trong axit axetic (R 1)] và chuẩn độ bằng dung dịch axit perchloric chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{HClO}_4) = 0,1 \text{ mol/l}$, trong axit axetic (R 1) đến khi xuất hiện màu xanh lá cây.

1,00 ml dung dịch axit perchloric, $c(\text{HClO}_4) = 0,100 \text{ mol/l}$, tương đương với 0,015 62 g C₁₀H₈N₂.

R 49.2.2 Chất không tan trong axit và tạp chất nhuộm màu

Hoà tan 1 g mẫu trong 10 ml dung dịch axit clohydric (3,65 %) và pha loãng đến thể tích 100 ml bằng nước.

Dung dịch thu được phải trong và không màu.

R 49.2.3 Khoảng nóng chảy

Áp dụng GM 25.2.

R 49.2.4 Tro sulfat

Lấy 1 g mẫu và áp dụng GM 16.

Khối lượng của cặn không vượt quá 2 mg.

¹⁾ Tên IUPAC: 4-[α-(4-hydroxy-1-naphthyl)benzyliden]naphtalen-1(4H)-one.

R 50 Axit boric

Khối lượng phân tử tương đối: 61,83

R 50.1 Yêu cầu kỹ thuật

Thuốc thử (H_3BO_3), %, không nhỏ hơn	99,5
Các chất không tan trong metanol, %, không lớn hơn	0,005
Các chất không bay hơi với metanol, %, không lớn hơn	0,05
Clorua (Cl), %, không lớn hơn	0,001
Phosphat (PO_4), %, không lớn hơn	0,001
Sulfat (SO_4), %, không lớn hơn	0,002
Canxi (Ca), %, không lớn hơn	0,005
Sắt (Fe), %, không lớn hơn	0,000 5
Chì (Pb), %, không lớn hơn	0,001

R 50.2 Chuẩn bị dung dịch thử và so sánh**R 50.2.1 Dung dịch thử**

Cho 1 ml dung dịch natri cacbonat (1 %), 100 ml metanol (R 18) và 5 ml axit clohydric (R 13) vào 10 g mẫu. Phân huỷ mẫu trong cốc có nắp trên bếp cách thủy, sau đó mở nắp đáy và làm bay hơi đến khô cạn. Thêm 75 ml metanol (R 18) và 5 ml axit clohydric (R 13) và lặp lại việc phân huỷ và bay hơi. Hoà tan cạn trong 5 ml dung dịch axit axetic, (6 %), và phân huỷ trong cốc có nắp trên bếp cách thủy trong 5 phút. Lọc và pha loãng bằng nước đến thể tích 100 ml.

R 50.2.2 Dung dịch so sánh

Lấy 1 ml dung dịch natri cacbonat (1 %), thêm

1 ml phosphat SS I (1 ml $\hat{=}$ 0,001 % PO_4);

2 ml sulfat SS I (2 ml $\hat{=}$ 0,002 % SO_4);

và tiếp tục chuẩn bị dung dịch thử (R 50.2.1) như đã mô tả, sử dụng cùng lượng các thuốc thử.

R 50.3 Phép thử**R 50.3.1 Thuốc thử**

Trộn 100 ml glycerol với 100 ml nước và điều chỉnh pH đến 9,0, bằng cách thêm dung dịch natri hydroxit chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(NaOH) = 0,001 \text{ mol/l}$, sử dụng thiết bị đo pH đã được hiệu chuẩn.

Hoà tan 2,5 g mẫu, cân chính xác đến 0,000 1 g, trong hỗn hợp được điều chế trên và chuẩn độ lại đến pH 9,0 bằng dung dịch natri hydroxit chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/l}$.

1,00 ml dung dịch natri hydroxit, $c(\text{NaOH}) = 1,000 \text{ mol/l}$, tương đương với 0,061 83 g H_3BO_3 .

R 50.3.2 Các chất không tan trong metanol

Đun hồi lưu hỗn hợp gồm 20 g mẫu với 200 ml metanol (R 18) cho đến khi axit hoà tan, tiếp tục đun hồi lưu trong 30 phút. Lọc qua cốc lọc đã trừ bì, rửa kỹ bằng metanol nóng (R 18) và sấy khô ở nhiệt độ 105 °C.

Khối lượng của cặn không tan không được vượt quá 1 mg.

R 50.3.3 Các chất không bay hơi với metanol

Lấy 2,0 g axit đã nghiền thành bột vào đĩa platin, thêm 25 ml metanol (R 18) và 0,5 axit clohydric (R 13) và làm bay hơi đến khô cạn. Thêm 15 ml metanol (R 18) và 0,3 ml axit clohydric (R 13) và lặp lại quá trình bay hơi. Cho vào cặn 0,10 ml hoặc 0,15 ml axit sulfuric (R 37) và nung ở nhiệt độ $800 \text{ °C} \pm 25 \text{ °C}$ trong 15 phút.

R 50.3.4 Clorua

Hoà tan 2 g mẫu trong 40 ml nước ấm và lọc (nếu cần). Lấy 20 ml dung dịch này và áp dụng GM 2.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 1 ml clorua của clorua SS II ($1 \text{ ml} \pm 0,001 \% \text{ Cl}$).

R 50.3.5 Phosphat

Lấy 20 ml dung dịch thử (R 50.2.1) và áp dụng GM 4.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 20 ml dung dịch so sánh (R 50.2.2).

R 50.3.6 Sulfat

Lấy 10 ml dung dịch thử (R 50.2.1) và áp dụng GM 3.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 10 ml dung dịch so sánh (R 50.2.2).

R 50.3.7 Canxi, sắt và chì

Xác định những nguyên tố này bằng AAS theo GM 29, sử dụng các điều kiện sau:

Nguyên tố	Nồng độ dung dịch	Ngọn lửa	Vạch cộng hưởng nm
Cu	Dung dịch thử (R 50.2.1)	Axetylen-không khí	324,7
Fe			248,3
Pb			217,0

R 51 Brom Br

Khối lượng phân tử tương đối: 79,90

R 51.1 Yêu cầu kỹ thuật

Thuốc thử (Br), %, không nhỏ hơn	99,0
Clorua (Cl), %, không lớn hơn	0,05
Iot (I), %, không lớn hơn	0,001
Sulfat (SO_4), %, không lớn hơn	0,005
Kim loại nặng (tính theo Pb), %, không lớn hơn	0,000 2
Sắt (Fe), %, không lớn hơn	0,000 2
Các hợp chất hữu cơ brom	đạt
Cặn còn lại sau khi bay hơi, %, không lớn hơn	0,005

R 51.2 Chuẩn bị dung dịch thử

Cho 20 g (8,4 ml) mẫu, 1 ml dung dịch natri cacbonat (1 %) và 40 ml nước vào bát sứ. Làm bay hơi đến khô cạn trên bếp cách thủy, thêm 1 ml dung dịch axit clohydric (25 %) và lại làm bay hơi đến khô cạn. Hoà tan cặn trong 1 ml nước và 0,1 ml dung dịch axit clohydric (25 %) có gia nhiệt nhẹ và pha loãng đến thể tích 40 ml bằng nước.

R 51.3 Phép thử

R 51.3.1 Thuốc thử

Gắn kín ampun thủy tinh có thành mỏng chứa khoảng 0,3 g mẫu, cân chính xác đến 0,000 1 g, chuyển vào bình nón dung tích 500 ml có chứa sẵn 200 ml nước và 5 ml kali iodua (R 25).

Đậy bình bằng nút thủy tinh nhám và làm vỡ ampun bằng cách lắc mạnh. Bỏ nút ra, rửa sạch bằng nước và chuẩn độ bằng dung dịch natri thiosulfat chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$, sử dụng tinh bột (IS 4.3.11 *).

1,00 ml dung dịch natri thiosulfat, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,100 \text{ mol/l}$, tương đương với 0,007 99 g Br.

R 51.3.2 Clorua

Chuyển 10 g (3,2 ml) mẫu sang bình đáy tròn có chứa một ít hạt thủy tinh nhỏ và 70 ml dung dịch natri cacbon khan (R 30) (10 %). Cho từ từ lượng dung dịch amoniac (R 3) đủ để mất màu dung dịch.

Đun sôi 3 phút đến 4 phút để bọt khí nitơ thoát ra, thêm 30 ml axit nitric (R 19) và lại đun sôi tiếp để dòng nitơ đi qua làm dung dịch mất màu hoàn toàn. Thể tích của dung dịch không được giảm xuống dưới 80 ml.

Sau khi làm lạnh, thêm 5,0 ml dung dịch bạc nitrat chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{AgNO}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$ và 0,5 ml dibutyl phthalat. Lắc mạnh trong 1 phút và sau đó chuẩn độ lượng dư bạc nitrat bằng dung dịch amoni thioxyanat chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{NH}_4\text{SCN}) = 0,1 \text{ mol/l}$, sử dụng chỉ thị amoni sắt(III) sulfat (IS 4.3.1').

1,00 ml dung dịch bạc nitrat, $c(\text{AgNO}_3) = 0,100 \text{ mol/l}$, tương đương với 0,003 545 g Cl.

R 51.3.3 Iot

Cho 50 ml nước và 1 ml dung dịch kali clorua (10 %) vào 10,5 g (3,4 ml) mẫu. Đun sôi dung dịch cho đến khi mất màu, chú ý giữ thể tích không đổi bằng cách thêm nước. Đun nóng hơn 2 phút, sau đó để nguội, thêm 5 ml dung dịch kali iodua (10 %) và 5 ml dung dịch axit sulfuric (20 %).

Màu vàng của dung dịch thu được phải không được đậm hơn màu của dung dịch đối chứng chuẩn bị tương tự, sử dụng 0,5 g (0,15 ml) mẫu và 1 ml iodua SS I (1 ml $\equiv$ 0,001 % I).

R 51.3.4 Sulfat

Lấy 4 ml dung dịch thử (R 51.2), pha loãng đến thể tích 10 ml bằng nước và áp dụng GM 3.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 1 ml sulfat SS I (1 ml $\equiv$ 0,005 % SO_4).

R 51.3.5 Các kim loại nặng

Lấy 10 ml dung dịch thử (R 51.2) và áp dụng GM 7.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 1 ml chì SS II (1 ml $\equiv$ 0,000 2 % Pb).

R 51.3.6 Sắt

Lấy 20 ml dung dịch thử (R 51.2) và áp dụng GM 8.1.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 2 ml sắt SS II (2 ml $\equiv$ 0,000 2 % Fe).

R 51.3.7 Các hợp chất hữu cơ brom

Trộn 3 g (1 ml) mẫu với 30 ml dung dịch natri hydroxit (8 %).

Sau 1 h, dung dịch phải không có bất kỳ những giọt nhỏ như dầu.

R 51.3.8 Cặn còn lại sau khi bay hơi

Chuyển 20 g (6,4 ml) mẫu sang đĩa sứ và áp dụng GM 14.

Khối lượng của cặn không được vượt quá 1 mg.

R 52 1-Butanol, Butyl alcohol $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_2\text{CH}_2\text{OH}$

Khối lượng phân tử tương đối: 74,12

R 52.1 Yêu cầu kỹ thuật

Màu theo đơn vị Hazen, không lớn hơn	10
Khối lượng riêng ở 20 °C, g/ml	0,791 đến 0,793
Thuốc thử ($\text{C}_4\text{H}_{10}\text{O}$), %, không nhỏ hơn	99
Cặn còn lại sau khi bay hơi, %, không lớn hơn	0,002
Độ axit (tính bằng milimol H^+), không lớn hơn	0,1/100 g
Các hợp chất cacbonyl (tính theo CO), %, không lớn hơn	0,02
Nước, %, không lớn hơn	0,2

R 52.2 Phép thử

R 52.2.1 Màu theo đơn vị Hazen

Áp dụng GM 36.

R 52.2.2 Khối lượng riêng

Áp dụng GM 24.1.

R 52.2.3 Thuốc thử

Áp dụng GM 34, sử dụng các điều kiện sau:

Pha tĩnh	20 % Cacbowax 400 (hoặc tương đương)
Chất mang	Chromosorb W (hoặc tương đương) [0,15 mm đến 0,18 mm (80 mesh đến 100 mesh ASTM)]
Chiều dài cột, m	2
Đường kính trong của cột, mm	5
Vật liệu cột	Thép không gỉ
Nhiệt độ cột, °C	100
Nhiệt độ bơm, °C	180
Nhiệt độ detector, °C	180
Kiểu detector	Dẫn nhiệt
Khí mang	Heli
Tốc độ dòng, ml/min	khoảng 60
Phần mẫu thử, µl	10

R 52.2.4 Cặn còn lại sau khi bay hơi

Lấy 50 g (62 ml) mẫu và áp dụng GM 14, sấy khô cặn trong 30 phút.

Khối lượng của cặn không được vượt quá 1 mg.

R 52.2.5 Độ axit

Lấy 20 g (25 ml) mẫu và áp dụng GM 13.1, chuẩn độ bằng dung dịch natri hydroxit chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$, và sử dụng chỉ thị bromothymol xanh ¹⁾

Thể tích chuẩn độ không được vượt quá 0,2 ml.

R 52.2.6 Hợp chất cacbonyl

Pha loãng 1 g (1,3 ml) mẫu đến thể tích 20 ml bằng metanol không có cacbonyl (RS 4.2.11').

Lấy 1 ml dung dịch này và áp dụng GM 23.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 1 ml cacbonyl SS II ($1 \text{ ml} \doteq 0,01 \% \text{ CO}$).

R 52.2.7 Nước

Lấy 10 g (12,5 ml) mẫu và áp dụng GM 12, sử dụng 20 ml metanol (R 18) làm dung môi.

¹⁾ Tên IUPAC: 2,2'-dibrom-6,6'-dilisopropyl-3,3' dimetyl-4,4' -(1,1-dioxo-2,1λ⁶-benzoxathiol-3,3-diyl)diphenol.

R 53 Canxi cacbonat

CaCO_3

Khối lượng phân tử tương đối: 100,09

R 53.1 Yêu cầu kỹ thuật

Thuốc thử (CaCO_3), %, không nhỏ hơn	99,5
Các chất không tan trong axit clohydric, %, không lớn hơn	0,005
Clorua (Cl), %, không lớn hơn	0,01
Sulfat (SO_4), %, không lớn hơn	0,005
Bari (Ba), %, không lớn hơn	0,02
Sắt (Fe), %, không lớn hơn	0,001
Chì (Pb), %, không lớn hơn	0,001
Magie (Mg), %, không lớn hơn	0,03
Kali (K), %, không lớn hơn	0,005
Natri (Na), %, không lớn hơn	0,1
Stronti (Sr), %, không lớn hơn	0,1

R 53.2 Phép thử

R 53.2.1 Thuốc thử

Chuyển 2 g mẫu, cân chính xác đến 0,000 1 g, vào 50 ml nước, thêm từ từ 50,0 ml dung dịch axit clohydric chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{HCl}) = 1 \text{ mol/l}$, đun sôi, để nguội và chuẩn độ lượng axit dư bằng dung dịch natri hydroxit chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/l}$, sử dụng chỉ thị bromophenol xanh (IS 4.3.2').

1,00 ml dung dịch axit clohydric, $c(\text{HCl}) = 1,000 \text{ mol/l}$, tương đương với 0,050 05 g CaCO_3 .

R 53.2.2 Các chất không tan trong axit clohydric

Hoà tan 50 g mẫu trong hỗn hợp gồm 225 ml axit clohydric (R 13) và 200 ml nước, lọc qua phễu lọc thuỷ tinh xốp (đường kính lỗ từ 16 μm đến 40 μm), rửa cặn bằng axit clohydric loãng và sấy khô cặn đến khối lượng không đổi ở 105 °C.

Khối lượng cặn không được vượt quá 2,5 mg.

R 53.2.3 Clorua

Hoà tan 2 g mẫu trong hỗn hợp gồm 5 ml dung dịch axit nitric (25 %) và 45 ml nước, đun sôi, để nguội và áp dụng GM 2.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 2 ml clorua SS I (2 ml $\hat{=}$ 0,01 % Cl).

§ 53.2.4 Sulfat

Hoà tan 2 g mẫu trong hỗn hợp gồm 5 ml dung dịch axit clohydric (R 13), 15 ml nước và áp dụng GM 2.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 1 ml sulfat SS I ($1 \text{ ml} \hat{=} 0,005 \% \text{SO}_4$).

§ 53.2.5 Bari, kali và natri

Xác định những nguyên tố này bằng FES theo GM 30, sử dụng các điều kiện sau:

Nguyên tố	Nồng độ dung dịch	Ngọn lửa	Bước sóng nm
Ba	Dung dịch 1 % của mẫu trong dung dịch axit clohydric, $c(\text{HCl}) = 0,5 \text{ mol/l}$	Oxy-axetylen	455,4
K			766,5
Na			589,0

§ 53.2.6 Sắt, chì, magie và stronti

Xác định những nguyên tố này bằng AAS theo GM 29, sử dụng các điều kiện sau:

Nguyên tố	Nồng độ dung dịch	Ngọn lửa	Vạch cộng hưởng nm
Fe	Dung dịch 2 % của mẫu trong dung dịch axit clohydric, $c(\text{HCl}) = 0,5 \text{ mol/l}$.	Axetylen-không khí	248,3
Pb	Áp dụng qui trình chiết dung môi theo GM 35		217,0 hoặc 283,3
Mg	Dung dịch 0,5 % của mẫu trong dung dịch axit clohydric, $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$.		285,2
Sr	Dung dịch 0,2 % của mẫu trong dung dịch axit clohydric, $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$.		460,7

R 54 Cacbon tetraclorea

Khối lượng phân tử tương đối: 153,82

R 54.1 Yêu cầu kỹ thuật

Màu theo đơn vị Hazen, không lớn hơn	10
Khối lượng riêng ở 20 °C, g/ml	1,592 đến 1,598
Thuốc thử (CCl ₄), %, không nhỏ hơn	99,5
Cặn còn lại sau khi bay hơi, %, không lớn hơn	0,001
Độ axit (tính bằng milimol H ⁺), không lớn hơn	0,02/100 g
Clo tự do, %, không lớn hơn	0,000 1
Cacbon disulfua (CS ₂), %, không lớn hơn	0,002
Tạp chất kim loại	đạt
Nước, %, không lớn hơn	0,02

R 54.2 Phép thử**R 54.2.1 Màu theo đơn vị Hazen**

Áp dụng GM 36.

R 54.2.2 Khối lượng riêng

Áp dụng GM 24.1.

R 54.2.3 Thuốc thử

Áp dụng GM 34, sử dụng các điều kiện sau:

Pha tĩnh	15 % Apiezon L
Chất mang	Chromosorb P-AW-DMCS [0,15 mm đến 0,18 mm (80 mesh đến 100 mesh ASTM)]
Chiều dài cột, m	2
Đường kính trong của cột, mm	5
Vật liệu cột	Thép không gỉ
Nhiệt độ cột, °C	60
Nhiệt độ bơm, °C	150
Nhiệt độ detector, °C	150
Kiểu detector	Ngọn lửa ion hoá
Khí mang	Nitơ
Tốc độ dòng, ml/min	khoảng 60
Phần mẫu thử, µl	0,1

R 54.2.4 Cặn còn lại sau khi bay hơi

Lấy 100 g (63 ml) mẫu và áp dụng GM 14, sấy khô cặn trong 30 phút.

Khối lượng của cặn không được vượt quá 1 mg.

R 54.2.5 Độ axit

Lấy 20 g (13 ml) mẫu và áp dụng GM 13.2, chuẩn độ bằng dung dịch natri hydroxit chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$, và sử dụng chỉ thị phenolphthalein (IS 4.3.9').

Thể tích chuẩn độ không được vượt quá 0,2 ml.

R 54.2.6 Clo tự do

Lắc 35 g (24 ml) mẫu với hỗn hợp mới pha gồm 10 ml nước, 1 ml dung dịch kali iodua (10 %) và 2 giọt chỉ thị tinh bột (IS 4.3.11') trong bình thủy tinh có nút nhám trong 2 phút. Nếu dung dịch thu được có màu xanh hoặc màu tím, chuẩn độ bằng dung dịch natri thiosulfat chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,01 \text{ mol/l}$, lắc sau mỗi lần thêm dung dịch chuẩn độ.

Thể tích chuẩn độ không được vượt quá 0,1 ml.

R 54.2.7 Cacbon disulfua

Cho 1 ml etanol tuyệt đối và 3 ml dung dịch ankal chì(II) axetat (RS)¹⁾ và đun sôi hồi lưu trong 15 phút. Để nguội.

Sau 5 phút màu vàng của dung dịch thu được không được đậm hơn màu của hỗn hợp cacbon tetraclorea không có cacbon disulfua đã được xử lý tương tự và 2 ml cacbon disulfua SS I (chuẩn bị bằng cách trộn cacbon disulfua với cacbon tetraclorea không có cacbon disulfua) (2 ml $\equiv$ 0,002 % CS_2).

R 54.2.8 Tạp chất kim loại

Cho 0,1 ml dung dịch dithiozon [0,1 % pha trong clorofom (R 7)] vào 50 ml mẫu.

Màu của dung dịch thu được phải là màu xanh lá cây không có vết màu vàng.

R 54.2.7 Nước

Lấy 20 g (13 ml) mẫu và áp dụng GM 12, sử dụng 20 ml metanol (R 18) làm dung môi.

¹⁾ Dung dịch thuốc thử (RS)

Chì (II) axetat, dung dịch kiềm

Hoà tan 1,7 g chì(II) axetat trihydrat ($\text{C}_6\text{H}_6\text{O}_4\text{Pb} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) trong 50 ml nước và thêm 3,1 g trinatri xitrat dihydrat ($\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7\text{Na}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) và 50 g kali hydroxit (KOH). Để nguội và pha loãng đến thể tích 100 ml.

R 55 Coban(II) clorua hexahydrat $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

Khối lượng phân tử tương đối: 237,93

R 55.1 Yêu cầu kỹ thuật

Thuốc thử ($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), %, không nhỏ hơn	99
Tạp chất không tan trong nước, %, không lớn hơn	0,01
Sulfat (SO_4), %, không lớn hơn	0,01
Các chất không bị kết tủa bởi amoni sulfua, %, không lớn hơn	0,25
Đồng (Cu), %, không lớn hơn	0,001
Niken (Ni), %, không lớn hơn	0,05
Kẽm (Zn), %, không lớn hơn	0,002

R 55.2 Phép thử

R 55.2.1 Thuốc thử

Cân khoảng 1 g mẫu, chính xác đến 0,000 1 g, và hoà tan trong 300 ml nước.

Cho vào dung dịch này 4 g hydroxylamoni và 5 ml dung dịch amoniac (R 3). Chuẩn độ ở 80 °C bằng dung dịch EDTA ¹⁾ chuẩn độ tiêu chuẩn, $\alpha(\text{EDTA}) = 0,1 \text{ mol/l}$, sử dụng chỉ thị metylthymol xanh (IS 4.3.7^{*)}, đến khi dung dịch chuyển từ màu xanh sang màu đỏ tía.

1,00 ml dung dịch EDTA, $\alpha(\text{EDTA}) = 0,100 \text{ mol/l}$, tương đương với 0,023 79 g $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

R 55.2.3 Sulfat

Hoà tan 10 g mẫu trong 100 ml nước, lọc, thêm 1 ml axit clohydric (R 13) và đun đến sôi trên bếp cách thuỷ. Thêm 1,5 g bari clorua dihydrat (R 6), phân huỷ hỗn hợp trong cốc có nắp trên bếp cách thuỷ trong 2 h và để yên trong 12 h. Nếu kết tủa được tạo thành, lọc, rửa kỹ, và nung ở nhiệt độ $800 \text{ }^\circ\text{C} \pm 25 \text{ }^\circ\text{C}$.

Lượng kết tủa không được lớn hơn 2,4 g so với khối lượng thu được từ phép thử trắng.

¹⁾ Tên IUPAC: dinatri dihydro etylendinitrilotetraaxetat.

Tên IUPAC: tetranatri 2,2'-dimetyl 6,6'-dihydroxy-5,5'-diisopropyl-3,3'-(1,1-dioxo-2,1λ⁶-benzoxathiol-3,3'-diyl)dibenzylidinitrilotetraaxetat.

R 55.2.4 Các chất không bị kết tủa bởi amoni sulfua

Hoà tan 2 g mẫu trong 20 ml nước. Thêm 1 g amoni clorua (R 5) và 5 ml dung dịch amoniac (R 3), pha loãng bằng nước đến thể tích 90 ml, và sục hydro sulfua qua dung dịch thu được cho đến khi toàn bộ lượng coban kết tủa. Pha loãng bằng nước đến thể tích 100 ml, khuấy đều và lọc. Làm bay hơi 50 ml phần dung dịch lọc gần đến khô trong đĩa đã trừ bì. Để nguội, thêm 0,05 ml axit sulfuric (R 37), và nung cẩn thận để bay hơi lượng muối và axit dư. Cuối cùng, nung ở nhiệt độ $800\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong 15 phút.

Khối lượng cặn không vượt quá 2,5 mg.

R 55.2.5 Đồng, niken và kẽm

Xác định nguyên tố này bằng AAS theo GM 29, sử dụng các điều kiện sau:

Nguyên tố	Nồng độ dung dịch	Ngọn lửa	Vạch cộng hưởng nm
Cu	5 %	Axetylen-không khí	324,7
Ni	0,5 %		232,0
Zn	5 %		213,9

R 56 Diamoni oxalat monohydrat (NH₄)₂C₂O₄.H₂O

Khối lượng phân tử tương đối: 142,11

R 56.1 Yêu cầu kỹ thuật

Thuốc thử [(NH ₄) ₂ C ₂ O ₄ .H ₂ O], %, không nhỏ hơn	99,5
Clorua (Cl), %, không lớn hơn	0,000 5
Nitrat (NO ₃), %, không lớn hơn	0,002
Sulfat (SO ₄), %, không lớn hơn	0,005
Canxi (Ca), %, không lớn hơn	0,001
Kim loại nặng (tính theo Pb), %, không lớn hơn	0,001
Sắt (Fe), %, không lớn hơn	0,000 2
Magie (Mg), %, không lớn hơn	0,001
Kali (K), %, không lớn hơn	0,001
Natri (Na), %, không lớn hơn	0,001

R 56.2 Chuẩn bị dung dịch thử

R 56.2.1 Dung dịch thử I

Hoà tan 10 g mẫu trong nước và pha loãng đến thể tích 200 ml (dung dịch phải trong và không màu).

R 56.2.2 Dung dịch thử II

Lấy 5 g mẫu, thêm 1 giọt dung dịch amoni trioxovanadat (1 %), và làm bay hơi đến khô cạn vài lần với axit nitric (R 19) cho đến khi phân huỷ hoàn toàn và sau đó với dung dịch axit clohydric (25 %). Hoà tan cặn trong 1 ml dung dịch axit clohydric (25 %) và pha loãng đến thể tích 50 ml bằng nước.

R 56.2.3 Dung dịch thử III

Theo qui trình qui định trong 56.2.2, nhưng sử dụng 2,5 g mẫu.

R 56.3 Phép thử

R 56.3.1 Thuốc thử

Cân khoảng 0,25 g mẫu, chính xác đến 0,000 1 g và hoà tan trong 25 ml nước.

Cho vào dung dịch này 6 ml axit sulfuric (R 37). Đun nóng đến 60 °C và chuẩn độ bằng dung dịch kali permanganat chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(1/5 \text{ KMnO}_4) = 0,02 \text{ mol/l}$, đến khi dung dịch có màu hồng nhạt.

1,00 ml dung dịch kali permanganat, $c(1/5 \text{ KMnO}_4) = 0,100 \text{ mol/l}$, tương đương với 0,007 105 5 g (NH₄)₂C₂O₄.H₂O.

R 56.3.2 Clorua

Lấy 20 ml dung dịch thử I (R 56.2.1), thêm 10 ml dung dịch axit nitric (25 %) và áp dụng GM 2.
Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 0,5 ml clorua SS II ($0,5 \text{ ml} \doteq 0,0005 \% \text{ Cl}$).

R 56.3.3 Nitrat

Hoà tan 1 g mẫu trong 10 ml dung dịch axit sulfuric (16 %) và thêm 0,2 ml dung dịch bruxin (0,5 % pha trong axit axetic băng) và 20 ml axit sulfuric (R 37).

Sau 10 phút, màu vàng của dung dịch thu được không được đậm hơn màu của dung dịch đối chứng tiêu chuẩn chuẩn bị tương tự, sử dụng 2 ml nitrat SS II ($2 \text{ ml} \doteq 0,002 \% \text{ NO}_3$).

R 56.3.4 Sulfat

Lấy 20 ml dung dịch thử II (R 56.2.2) và áp dụng GM 3, không thêm 0,5 ml dung dịch axit clohydric (20 %).

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 20 ml dung dịch thử III (R 56.2.3) và 5 ml sulfat SS II ($5 \text{ ml} \doteq 0,005 \% \text{ SO}_4$).

R 56.3.5 Canxi và magie

Xác định nguyên tố này bằng AAS theo GM 29, sử dụng các điều kiện sau:

Nguyên tố	Nồng độ dung dịch	Ngọn lửa	Vạch cộng hưởng nm
Ca	4 %	Axetylen-không khí	422,7
Mg			285,2

R 56.3.6 Các kim loại nặng

Trung hoà 20 ml dung dịch thử II (R 56.2.2) và áp dụng GM 7.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 20 ml dung dịch thử III (R 56.2.3) và 1 ml chì SS II ($1 \text{ ml} \doteq 0,001 \% \text{ Pb}$).

R 56.3.7 Sắt

Lấy 20 ml dung dịch thử I (R 56.2.1), thêm 2 ml dung dịch axit 5-sulfosalicylic (10 %) và 5 ml dung dịch amoniac (R 3).

Sau 10 phút, màu vàng của dung dịch thu được phải không được đậm hơn màu của dung dịch đối chứng tiêu chuẩn chuẩn bị tương tự, sử dụng 0,2 ml sắt SS II ($0,2 \text{ ml} \doteq 0,0002 \% \text{ Fe}$).

R 56.3.8 Kali và natri

Xác định những nguyên tố này bằng FES theo GM 30, sử dụng các điều kiện sau:

Nguyên tố	Nồng độ dung dịch	Ngọn lửa	Bước sóng nm
K	4 %	Axetylen-không khí	766,5
Na			589,0

R 57 Diclometan

CH_2Cl_2

Khối lượng phân tử tương đối: 84,93

R 57.1 Yêu cầu kỹ thuật

Màu theo đơn vị Hazen, không lớn hơn	10
Khối lượng riêng ở 20 °C, g/ml	1,320 đến 1,330
Thuốc thử (CH_2Cl_2), %, không nhỏ hơn	99,5
Cặn còn lại sau khi bay hơi, %, không lớn hơn	0,002
Độ axit (tính bằng milimol H^+), không lớn hơn	0,03/100 g
Clo tự do, %, không lớn hơn	0,000 1
Sắt (Fe), %, không lớn hơn	0,0001
Nước, %, không lớn hơn	0,05

R 57.2 Phép thử

R 57.2.1 Màu theo đơn vị Hazen

Áp dụng GM 36.

R 54.2.2 Khối lượng riêng

Áp dụng GM 24.1.

R 54.2.3 Thuốc thử

Áp dụng GM 34, sử dụng các điều kiện sau:

Pha tĩnh	15 % Apiezon L
Chất mang	Chromosorb P [0,15 mm đến 0,18 mm (80 mesh đến 100 mesh ASTM)]
Chiều dài cột, m	2 đến 4
Đường kính trong của cột, mm	khoảng 3
Vật liệu cột	Thép không gỉ hoặc thủy tinh
Nhiệt độ cột, °C	40 đến 50
Nhiệt độ bơm, °C	khoảng 100
Nhiệt độ detector, °C	150 đến 300
Kiểu detector	Nguồn lửa ion hoá
Khí mang	Nitơ
Tốc độ dòng, ml/min	40 đến 50
Phần mẫu thử, µl	0,1

R 57.2.4 Cặn còn lại sau khi bay hơi

Lấy 100 g (75,5 ml) mẫu và áp dụng GM 14, sấy khô cặn trong 30 phút.

Khối lượng của cặn không được vượt quá 2 mg.

R 57.2.5 Độ axit

Lấy 30 g (22,5 ml) mẫu và áp dụng GM 13.2, chuẩn độ bằng dung dịch natri hydroxit chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{NaOH}) = 0,01 \text{ mol/l}$, và sử dụng chỉ thị phenolphthalein (IS 4.3.9').

Thể tích chuẩn độ không được vượt quá 0,45 ml.

R 57.2.6 Clo tự do

Lắc 35 g (25,5 ml) mẫu với 20 ml nước vừa mới đun sôi và làm nguội có chứa 1 ml dung dịch cadimi iodua (0,15 %) và 1 ml chỉ thị tinh bột (IS 4.3.11'). Để ở chỗ tối trong 10 phút và chuẩn độ bằng dung dịch natri thiosulfat chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,01 \text{ mol/l}$.

Thể tích chuẩn độ không được vượt quá 0,1 ml.

R 57.2.7 Sắt

Làm bay hơi 20 g (15 ml) mẫu đến khô cặn với 5 mg natri cacbonat (R 30) và hoà tan cặn trong 10 ml nước có chứa 0,5 ml axit nitric (R 19).

Xác định sắt bằng AAS theo GM 29, sử dụng các điều kiện sau:

Nguyên tố	Nồng độ dung dịch	Ngọn lửa	Vạch cộng hưởng nm
Fe	Dung dịch được chuẩn bị như mô tả ở trên	Axetylen-không khí	248,3

R 57.2.8 Nước

Lấy 20 g (15 ml) mẫu và áp dụng GM 12, sử dụng 20 ml metanol (R 18) làm dung môi.

R 58 Dietyl ete

(C₂H₅)₂O

Khối lượng phân tử tương đối: 74,12

R 58.1 Yêu cầu kỹ thuật

Màu theo đơn vị Hazen, không lớn hơn	10
Khối lượng riêng ở 20 °C, g/ml	0,173 ± 0,001
Thuốc thử [(C ₂ H ₅) ₂ O], %, không nhỏ hơn	99,5 ¹⁾
Etanol (C ₂ H ₅ OH), %, không lớn hơn	0,05
Metanol (CH ₃ OH), %, không lớn hơn	0,02
Cặn còn lại sau khi bay hơi, %, không lớn hơn	0,001
Độ axit (tính bằng milimol H ⁺), không lớn hơn	0,02/100 g
Hợp chất cacbonyl (tính theo CO), %, không lớn hơn	0,001
Peroxit (tính theo H ₂ O ₂), %, không lớn hơn	0,000 03
Các chất bị đen hoá bởi axit sulfuric	đạt
Nước, %, không lớn hơn	0,2

R 58.2 Phép thử

R 58.2.1 Màu theo đơn vị Hazen

Áp dụng GM 36.

R 58.2.2 Khối lượng riêng

Áp dụng GM 24.1.

R 58.2.3 Thuốc thử, etanol và metanol

Áp dụng GM 34, sử dụng các điều kiện sau:

Pha tinh	15 % bis(2-etylexyl) sebacat
Chất mang	Chromosorb G-AW-DMCS [0,15 mm đến 0,18 mm (80 mesh đến 100 mesh ASTM)] hoặc Volaspher A2
Chiều dài cột, m	4
Đường kính trong của cột, mm	2,5
Vật liệu cột	Thép hoặc thủy tinh

¹⁾ Dietyl ete thường chứa một lượng thích hợp chất ổn định.

Nhiệt độ cột, °C	50
Nhiệt độ bơm, °C	150
Nhiệt độ detector, °C	150
Kiểu detector	Ngọn lửa ion hoá
Khí mang	Nitơ
Tốc độ dòng, ml/min	25
Phân mẫu thử, µl	0,2

R 58.2.4 Cặn còn lại sau khi bay hơi

Lấy 100 g (141 ml) mẫu và áp dụng GM 14, sấy khô cặn trong 30 phút.

Khối lượng của cặn không được vượt quá 1 mg.

CHÚ THÍCH Phép thử này không cần thực hiện nếu yêu cầu peroxit được thoả mãn.

R 58.2.5 Độ axit

Lấy 20 g (28 ml) mẫu và áp dụng GM 13.2, chuẩn độ bằng dung dịch natri hydroxit chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{NaOH}) = 0,01 \text{ mol/l}$, và sử dụng bromothymol làm chất chỉ thị.

Thể tích chuẩn độ không được vượt quá 0,2 ml.

R 58.2.6 Hợp chất cacbonyl

Lấy 1 g (1,4 ml) mẫu vào bình chứa hình trụ thủy tinh không màu có nắp, thêm 2 ml metanol không có cacbonyl (RS 4.2.11*) và 2 ml 2,4-dinitrophenylhydrat (RS 4.2.7*), đậy nắp bình chứa hình trụ, lắc và để yên trong 30 phút. Tháo nắp ra, đặt bình chứa hình trụ vào bồn nước ấm ở nhiệt độ 50 °C đến 55 °C và đun đến sôi trong môi trường bão hoà nitơ. Lấy bình chứa hình trụ ra khỏi bồn nước, để nguội đến nhiệt độ phòng, thêm 8 ml pyridin, 2 ml nước và 2 ml metanolic kali hydroxit (RS 4.2.15*), lắc, để yên trong 10 phút và pha loãng đến thể tích 25 ml bằng metanol không có cacbonyl (RS 4.2.11*).

Màu đỏ sẫm của dung dịch thu được không được đậm hơn màu của dung dịch đối chứng tiêu chuẩn chuẩn bị tương tự, sử dụng 1 ml cacbonyl SS II (1 ml $\hat{=}$ 0,001 % CO).

R 58.2.7 Peroxit

Đổ vào bình định mức thủy tinh dung tích 120 ml có nút nhám 10 ml dung dịch kali iodua (10 %) và 110 ml (78 g) mẫu. Đậy bình, lắc mạnh và để yên chỗ tối.

Sau 1 h, pha nước vẫn giữ nguyên không màu.

Giới hạn phát hiện: 0,000 03 % H_2O_2 .

TCVN 7764-3 : 2007

R 58.2.8 Các chất bị đen hoá bởi axit sulfuric

Làm nguội 10 ml axit sulfuric (R 37) đến 10 °C và vừa khuấy vừa thêm từng giọt 10 ml mẫu.

Sau 5 phút, màu của dung dịch trong không được nhiều hơn 20 đơn vị Hazen.

R 58.2.9 Nước

Lấy 14 g (20 ml) mẫu và áp dụng GM 12, sử dụng 20 ml metanol (R 18) làm dung môi.

R 59 Dimethylfocmamit $\text{HCON}(\text{CH}_3)_2$

Khối lượng phân tử tương đối: 73,09

R 59.1 Yêu cầu kỹ thuật

Màu theo đơn vị Hazen, không lớn hơn	10
Khối lượng riêng ở 20 °C, g/ml	0,945 ± 0,950
Thuốc thử $[\text{HCON}(\text{CH}_3)_2\text{O}]$, %, không nhỏ hơn	99,5
Cặn còn lại sau khi bay hơi, %, không lớn hơn	0,005
Độ axit (tính bằng milimol H^+), không lớn hơn	0,1/100 g
Độ kiềm (tính bằng milimol OH^-), không lớn hơn	0,1/100 g
Sắt (Fe), %, không lớn hơn	0,000 5
Nước, %, không lớn hơn	0,1

R 59.2 Phép thử

R 59.2.1 Màu theo đơn vị Hazen

Áp dụng GM 36.

R 59.2.2 Khối lượng riêng

Áp dụng GM 24.1.

R 59.2.3 Thuốc thử

Áp dụng GM 34, sử dụng các điều kiện sau:

Pha tinh	15 % Cacbowax 20 M hoặc PEG 400
Chất mang	Chromosorb W [0,15 mm đến 0,18 mm (80 mesh đến 100 mesh ASTM)] hoặc Celit
Chiều dài cột, m	2 đến 4
Đường kính trong của cột, mm.....	3
Vật liệu cột	Thép không gỉ hoặc thủy tinh
Nhiệt độ cột, °C	100 đến 150
Nhiệt độ bơm, °C	165
Nhiệt độ detector, °C	200 đến 300
Kiểu detector	Nguồn lửa ion hoá
Khí mang	Nitơ
Tốc độ dòng, ml/min	50
Phần mẫu thử, µl	0,1

R 59.2.4 Cặn còn lại sau khi bay hơi

Lấy 100 g (105 ml) mẫu và áp dụng GM 14, sấy khô cặn trong 30 phút.

Khối lượng của cặn không được vượt quá 5 mg.

R 59.2.5 Độ axit

Lấy 10 g (10,5 ml) mẫu và áp dụng GM 13.1, chuẩn độ bằng dung dịch natri hydroxit chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{NaOH}) = 0,01 \text{ mol/l}$, và sử dụng chỉ thị phenolphthalein (IS 4.3.9').

Thể tích chuẩn độ không được vượt quá 1 ml.

R 59.2.6 Độ kiềm

Lấy 10 g (10,5 ml) mẫu và áp dụng GM 13.1, chuẩn độ bằng dung dịch axit sulfuric chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,01 \text{ mol/l}$, và sử dụng chỉ thị metyl đỏ (IS 4.3.6').

Thể tích chuẩn độ không được vượt quá 1 ml.

R 59.2.7 Sắt

Xác định nguyên tố này bằng AAS theo GM 29, sử dụng các điều kiện sau:

Nguyên tố	Nồng độ dung dịch	Ngọn lửa	Vạch cộng hưởng nm
Fe	20 %	Axetylen-không khí	248,3

R 59.2.8 Nước

Lấy 20 g (21 ml) mẫu và áp dụng GM 12, sử dụng 20 ml metanol (R 18) làm dung môi.

R 60 1,4-Dioxan
CH₂-CH₂-O-CH₂-CH₂-O

Khối lượng phân tử tương đối: 88,11

R 60.1 Yêu cầu kỹ thuật

Màu theo đơn vị Hazen, không lớn hơn	10
Khối lượng riêng ở 20 °C, g/ml	1,030 đến 1,035
Thuốc thử (C ₄ H ₈ O ₂), %, không nhỏ hơn	99,5
Điểm đóng băng, °C, không nhỏ hơn	11,0
Cặn còn lại sau khi bay hơi, %, không lớn hơn	0,01
Độ axit (tính bằng milimol H ⁺), không lớn hơn	0,3/100 g
Sắt (Fe), %, không lớn hơn	0,10
Peroxit (tính theo H ₂ O ₂)	Xem cảnh báo

R 60.2 Phép thử**R 60.2.1 Màu theo đơn vị Hazen**

Áp dụng GM 36.

R 60.2.2 Khối lượng riêng

Áp dụng GM 24.1.

R 60.2.3 Thuốc thử

Áp dụng GM 34, sử dụng các điều kiện sau:

Pha tĩnh	Dầu silicon OV 17 – 15 %
Chất mang	Chromosorb G-AW-DMCS [0,15 mm đến 0,18 mm (80 mesh đến 100 mesh ASTM)]
Chiều dài cột, m	4
Đường kính trong của cột, mm.....	4
Vật liệu cột	Thép không gỉ
Nhiệt độ cột, °C	130
Nhiệt độ bơm, °C	250
Nhiệt độ detector, °C	250
Kiểu detector	Dẫn nhiệt hoặc ngọn lửa ion hoá
Khí mang	Heli
Tốc độ dòng, ml/min	50
Phần mẫu thử, µl	5 hoặc 0,2

TCVN 7764-3 : 2007

R 60.2.4 Điểm đóng băng

Áp dụng GM 25.3.

R 60.2.5 Cặn còn lại sau khi bay hơi

Lấy 10 g (9,7 ml) mẫu và áp dụng GM 14, sấy khô cặn trong 30 phút.

Khối lượng của cặn không được vượt quá 1 mg.

R 60.2.6 Độ axit

Lấy 33 g (32 ml) mẫu và áp dụng GM 13.1, chuẩn độ bằng dung dịch natri hydroxit chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$, và sử dụng chỉ thị phenolphthalein (IS 4.3.9').

Thể tích chuẩn độ không được vượt quá 1 ml.

R 60.2.7 Sắt

Xác định nguyên tố này bằng AAS theo GM 29, sử dụng các điều kiện sau:

Nguyên tố	Nồng độ dung dịch	Ngọn lửa	Vạch cộng hưởng nm
Fe	Dung dịch được chuẩn bị như mô tả ở trên	Axetylen-không khí	248,3

R 60.2.8 Nước

Lấy 20 g (19,5 ml) mẫu và áp dụng GM 12, sử dụng 20 ml metanol (R 18) làm dung môi.

R 60.2.9 Peroxit

CẢNH BÁO Khi có mặt oxy khí quyển, 1,4-Dioxan dễ tạo thành peroxit và do vậy rất nguy hiểm nếu bay hơi hoặc chưng cất dioxan không phải vừa được sản xuất. Hàm lượng peroxit có thể được xác định theo qui trình sau, nhưng giới hạn an toàn không chắc chắn.

Lấy 5 g (4,8 ml) mẫu và thêm 50 ml nước có chứa 1 g kali iodua (R 25). Cho 5 ml dung dịch axit sulfuric (10 %), 1 ml chỉ thị tinh bột (IS 4.3.11') và chuẩn độ với dung dịch natri thiosulfat chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,02 \text{ mol/l}$.

1,00 ml dung dịch natri thiosulfat, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,020 \text{ mol/l}$, tương đương với 0,000 34 g H_2O_2 .

R 61 Dinatri tetraborat decahydrat

$\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$

Khối lượng phân tử tương đối: 381,36

R 61.1 Yêu cầu kỹ thuật

Thuốc thử ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$), %, không nhỏ hơn	99,5
Clorua (Cl), %, không lớn hơn	0,001
Phosphat (PO_4), %, không lớn hơn	0,002
Sulfat (SO_4), %, không lớn hơn	0,005
Canxi (Ca), %, không lớn hơn	0,005
Đồng (Cu), %, không lớn hơn	0,000 5
Sắt (Fe), %, không lớn hơn	0,000 5
Chì (Pb), %, không lớn hơn	0,001

R 61.2 Phép thử

R 61.2.1 Thuốc thử

Cân khoảng 4 g mẫu, chính xác đến 0,000 1 g, hoà tan trong 100 ml nước và 25,0 ml dung dịch axit clohydric chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{HCl}) = 1 \text{ mol/l}$. Trung hoà bằng dung dịch natri hydroxit chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/l}$, sử dụng chỉ thị metyl đỏ (IS 4.3.6 *). Thêm 15 g mannitol và chuẩn độ bằng dung dịch natri hydroxit chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/l}$, đến pH 9,0.

1,00 ml dung dịch natri hydroxit, $c(\text{NaOH}) = 1,000 \text{ mol/l}$, tương đương với 0,095 34 g $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$.

R 61.2.2 Clorua

Hoà tan 1 g mẫu trong hỗn hợp gồm 48 ml nước và 2 ml dung dịch axit nitric (25 %). Áp dụng GM 2.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 1 ml clorua SS II (1 ml $\hat{=}$ 0,001 % Cl).

R 61.2.3 Phosphat

Hoà tan 1 g mẫu trong 20 ml nước ấm và áp dụng GM 4.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 2 ml phosphat SS II (2 ml $\hat{=}$ 0,002 % PO_4).

R 61.2.4 Sulfat

Hoà tan 1 g mẫu trong 20 ml nước ấm và áp dụng GM 3.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 5 ml sulfat SS II (5 ml $\hat{=}$ 0,005 % SO_4).

R 61.2.5 Canxi, đồng, sắt và chì

Xác định những nguyên tố này bằng AAS theo GM 29, sử dụng các điều kiện sau:

Nguyên tố	Nồng độ dung dịch	Ngọn lửa	Vạch cộng hưởng nm
Ca	5 %	Axetylen-không khí	422,7
Cu	Hoà tan 6 g mẫu trong 150 ml nước và áp dụng qui trình chiết dung môi theo GM 35		324,7
Fe			248,3
Pb			217,0 hoặc 283,3

R 62 Etyl axetat

$\text{CH}_3\text{COOC}_2\text{H}_5$

Khối lượng phân tử tương đối: 88,11

R 62.1 Yêu cầu kỹ thuật

Màu theo đơn vị Hazen, không lớn hơn	10
Khối lượng riêng ở 20 °C, g/ml	0,898 đến 0,902
Thuốc thử ($\text{C}_4\text{H}_8\text{O}_2$), %, không nhỏ hơn	99,5
Etanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$), %, không lớn hơn	0,1
Metanol (CH_3OH), %, không lớn hơn	0,1
Metyl axetat ($\text{CH}_3\text{CO}_2\text{CH}_3$), %, không lớn hơn	0,1
Cặn còn lại sau khi bay hơi, %, không lớn hơn	0,002
Độ axit (tính bằng milimol H^+), không lớn hơn	0,08/100 g
Các chất dễ bị cacbon hoá	đạt
Nước, %, không lớn hơn	0,1

R 62.2 Phép thử

R 62.2.1 Màu theo đơn vị Hazen

Áp dụng GM 36.

R 62.2.2 Khối lượng riêng

Áp dụng GM 24.1.

R 62.2.3 Thuốc thử, etanol, metanol và metyl axetat

Áp dụng GM 34, sử dụng các điều kiện sau:

Pha tĩnh	Porapak QS (0,15 mm đến 0,18 mm (80 mesh đến 100 mesh ASTM))
Chiều dài cột, m	3
Đường kính trong của cột, mm.....	2
Vật liệu cột	Thép không gỉ
Nhiệt độ cột, °C	Tăng từ 90 °C đến 240 °C (6 °C/phút)
Nhiệt độ bơm, °C	250
Nhiệt độ detector, °C	250
Kiểu detector	Dẫn nhiệt

TCVN 7764-3 : 2007

Khi mang	Hei
Tốc độ dòng, ml/min	20
Phần mẫu thử, μ l	3

R 62.2.4 Cặn còn lại sau khi bay hơi

Lấy 50 g (55,5 ml) mẫu và áp dụng GM 14.

Khối lượng của cặn không được vượt quá 1 mg.

R 62.2.5 Độ axit

Cho 0,1 ml chỉ thị phenolphthalein (IS 4.3.9*) vào 20 ml metanol (R 18) và lượng đáng kể dung dịch natri hydroxit chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{NaOH}) = 0,01 \text{ mol/l}$, đến khi dung dịch có màu hồng. Làm nguội trong bồn đá và thêm 20 g (22,2 ml) mẫu. Chuẩn độ bằng dung dịch natri hydroxit chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{NaOH}) = 0,01 \text{ mol/l}$, cho đến khi dung dịch có màu hồng ban đầu.

Thể tích chuẩn độ không được vượt quá 1,6 ml.

R 62.2.6 Các chất dễ bị cacbon hoá

Để nguội 5 ml dung dịch axit sulfuric ($95 \% \pm 0,5 \%$) đến 10°C và vừa khuấy vừa thêm chậm từng giọt 5 ml mẫu.

Sau 5 phút, màu của dung dịch thu được không được đậm hơn màu của dung dịch iot. $c(1/2 \text{ I}_2) = 5 \times 10^{-5} \text{ mol/l}$.

R 62.2.7 Nước

Lấy 10 g (11,1 ml) mẫu và áp dụng GM 12, sử dụng 20 ml metanol (R 18) làm dung môi.

R 63 Dung dịch formaldehyt H-CHO

Khối lượng phân tử tương đối: 30,03

R 63.1 Yêu cầu kỹ thuật

Màu theo đơn vị Hazen, không lớn hơn	10
Khối lượng riêng ở 20 °C, g/ml	1,075 đến 1,090
Thuốc thử (HCHO), %, (m/m)	37,0 đến 40,0
Metanol (CH ₃ OH), %	8,0 đến 14,0
Cặn còn lại sau khi nung, %, không lớn hơn	0,005
Độ axit (tính bằng milimol H ⁺), không lớn hơn	1,0/100 g
Clorua (Cl), %, không lớn hơn	0,000 2
Sulfat (SO ₄), %, không lớn hơn	0,002
Sắt (Fe), %, không lớn hơn	0,000 2
Chì (Pb), %, không lớn hơn	0,000 2

R 63.2 Phép thử

R 63.2.1 Màu theo đơn vị Hazen

Áp dụng GM 36.

R 63.2.2 Khối lượng riêng

Áp dụng GM 24.1.

R 63.2.3 Thuốc thử

Cân khoảng 3 g mẫu, chính xác đến 0,000 1 g, thêm 50,0 ml dung dịch natri hydroxit chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/l}$ và 25 ml dung dịch hydro peroxit (6 %). Đun nhẹ trên bếp cách thủy trong 30 phút, để nguội và chuẩn độ bằng dung dịch axit clohydric chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{HCl}) = 1 \text{ mol/l}$, sử dụng chỉ thị phenolphthalein (IS 4.3.9*). Tiến hành phép thử trắng.

1,00 ml dung dịch axit clohydric, $c(\text{HCl}) = 1,000 \text{ mol/l}$, tương đương với 0,030 03 g HCHO.

R 63.2.4 Metanol

Áp dụng GM 34, sử dụng các điều kiện sau:

Pha tinh	—
Chất mang	Porapak T [0,15 mm đến 0,18 mm (80 mesh đến 100 mesh ASTM)]

TCVN 7764-3 : 2007

Chiều dài cột, m	Khoảng 1,5
Đường kính trong của cột, mm	3 đến 4
Vật liệu cột	Thủy tinh
Nhiệt độ cột, °C	100 đến 150
Nhiệt độ bơm, °C	100 đến 200
Nhiệt độ detector, °C	200 đến 300
Kiểu detector	Ngọn lửa ion hoá
Khí mang	Nitơ
Tốc độ dòng, ml/min	Khoảng 50
Phần mẫu thử, µl	1

R 63.2.5 Cặn sau nung

Lấy 50 g (46 ml) mẫu và áp dụng GM 15, sấy khô cặn trong 30 phút.

Khối lượng của cặn không được vượt quá 2,5 mg.

R 63.2.6 Độ axit

Lấy 20 g (18,5 ml) mẫu và áp dụng GM 13.1, chuẩn độ bằng dung dịch natri hydroxit chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$, và sử dụng chỉ thị phenolphthalein (IS 4.3.9').

Thể tích chuẩn độ không được vượt quá 2 ml.

R 63.2.7 Clorua

Pha loãng 5 g (4,6 ml) mẫu bằng 45 ml nước và áp dụng GM 2.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 1 ml clorua SS II ($1 \text{ ml} \doteq 0,0002\% \text{ Cl}$).

R 63.2.8 Sulfat

Pha loãng 2,5 g (2,3 ml) mẫu đến thể tích 20 ml bằng nước và áp dụng GM 3.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 0,5 ml sulfat SS I ($0,5 \text{ ml} \doteq 0,002\% \text{ SO}_4$).

R 63.2.9 Sắt và chì

Pha loãng 5 g (4,5 ml) mẫu đến 10 ml bằng nước và xác định sắt bằng AAS theo GM 29, sử dụng các điều kiện sau:

Nguyên tố	Nồng độ dung dịch	Ngọn lửa	Vạch cộng hưởng nm
Fe	50 %	Axetylen-không khí	248,3
Pb			217,0 hoặc 283,3

R 64 Glycerol

$\text{HOCH}_2\text{CHOHCH}_2\text{OH}$

Khối lượng phân tử tương đối: 92,10

R 64.1 Yêu cầu kỹ thuật

Màu theo đơn vị Hazen, không lớn hơn	10
Thuốc thử ($\text{C}_3\text{H}_8\text{O}_3$, được tính đối với hợp chất khan) %, không nhỏ hơn	99
Độ axit (tính bằng milimol H^+), không lớn hơn	0,05/100 g
Độ kiềm (tính bằng milimol OH^-), không lớn hơn	0,03/100 g
Tro sulfat, %, không lớn hơn	0,005
Amoni (NH_4), %, không lớn hơn	0,000 5
Arsen (As), %, không lớn hơn	0,000 1
Các kim loại nặng (tính theo Pb), %, không lớn hơn	0,000 1
Sắt (Fe), %, không lớn hơn	0,000 1
Clorua (Cl), %, không lớn hơn	0,000 1
Sulfat (SO_4), %, không lớn hơn	0,000 5
Este của các axit béo (tính theo glycerol tributyrat), %, không lớn hơn	0,05
Glyceraldehyt	đạt (khoảng 0,003 %)
Các chất dễ bị cacbon hoá	đạt
Nước, %, không lớn hơn	1 ¹⁾

R 64.2 Chuẩn bị dung dịch thử

Pha loãng 20 g (16 ml) mẫu đến 100 ml với nước

R 64.3 Phép thử

R 64.3.1 Màu theo đơn vị Hazen

Áp dụng GM 36.

R 64.3.2 Thuốc thử

Chuyển 0,1 ml mẫu sang bình chưng cất nhỏ, thêm 0,5 ml axetonitril và 1 ml trimetylsilyl *N*-(trimetylsilyl) axetimidat. Đun hồi lưu trong 45 phút và sau đó để nguội (dung dịch A).

¹⁾ Glycerol phù hợp với yêu cầu kỹ thuật ở trên cũng có sẵn trên thị trường với hàm lượng nước khoảng 13 %.

TCVN 7764-3 : 2007

Áp dụng GM 34, sử dụng phép tính đối với phương pháp nội chuẩn (sự đánh giá gần đúng, các nhân tố có ảnh hưởng như nhau được tính là bằng 1) và các điều kiện sau:

Pha tinh	Silicon SE 52 10 %
Chất mang	Embacel [0,15 mm đến 0,25 mm (60 mesh đến 100 mesh ASTM)]
Chiều dài cột, m	3
Đường kính trong của cột, mm.....	2
Vật liệu cột	Thép không gỉ
Nhiệt độ cột, °C	Tăng từ 130 °C đến 300 °C (4 °C/min)
Nhiệt độ bơm, °C	250
Nhiệt độ detector, °C	300
Kiểu detector	Dẫn nhiệt
Khí mang	Heli
Tốc độ dòng, ml/min	20
Phần mẫu thử, µl	20

R 64.3.3 Độ axit và độ kiềm

Lấy 30 g (24 ml) mẫu và áp dụng GM 13.1, chuẩn độ bằng dung dịch natri hydroxit chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{NaOH}) = 0,01 \text{ mol/l}$, hoặc dung dịch axit clohydric, $c(\text{HCl}) = 0,01 \text{ mol/l}$, và sử dụng bromothymol làm chất chỉ thị.

Trong trường hợp độ axit, thể tích chuẩn độ không được vượt quá 1,65 ml, trong trường hợp độ kiềm, không được vượt quá 1 ml.

R 64.3.4 Tro sulfat

Lấy 20 g (16 ml) mẫu và áp dụng GM 17.

Khối lượng của cặn không được vượt quá 1 ml.

Giữ lại cặn để xác định sắt.

R 64.3.5 Amoni

Lấy 20 ml dung dịch thử (R 64.2) và áp dụng GM 6, không cho hợp kim Devarda và chưng cất trực tiếp.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 2 ml amoni SS II ($2 \text{ ml} \cong 0,0005 \% \text{ NH}_4$).

R 64.3.6 Arsen

Lấy 10 ml dung dịch thử (R 64.2) và áp dụng GM 11.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 2 ml arsen SS III ($2 \text{ ml} \cong 0,0001 \% \text{ As}$)

R 64.3.7 Các kim loại nặng

Pha loãng 10 g (8 ml) mẫu với 20 ml nước và áp dụng GM 7.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 1 ml chì SS II ($1 \text{ ml} \hat{=} 0,000 1 \% \text{ Pb}$).

R 64.3.8 Sắt

Thêm 1 ml axit clohydric (R 13) vào cặn của phép thử (R 64.3.4) và làm bay hơi đến khô cặn trên bếp cách thủy. Hoà tan cặn trong 0,2 ml dung dịch axit clohydric (25 %) và pha loãng đến thể tích 20 ml bằng nước.

Lấy 10 ml dung dịch này và áp dụng GM 8.1.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 1 ml sắt SS II ($1 \text{ ml} \hat{=} 0,000 1 \% \text{ Fe}$).

R 64.3.9 Clorua

Lấy 25 ml dung dịch thử (R 64.2) và áp dụng GM 2.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 0,5 ml clorua SS II ($0,5 \text{ ml} \hat{=} 0,000 1 \% \text{ Cl}$).

R 64.3.10 Sulfat

Lấy 25 ml dung dịch thử (R 64.2), thêm 5 ml metanol (R 18) và áp dụng GM 3.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn ở cùng điều kiện, sử dụng 2,5 ml sulfat SS II ($2,5 \text{ ml} \hat{=} 0,000 5 \% \text{ SO}_4$).

R 64.3.11 Este của axit béo

Thêm 50 ml nước không có cacbon dioxit và 10 ml dung dịch natri hydroxit chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$ vào 40 g (32 ml) mẫu. Đun hồi lưu/cách thủy trong 30 phút. Để nguội và chuẩn độ lượng natri hydroxit dư bằng dung dịch axit clohydric chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$, sử dụng thymol xanh làm chất chỉ thị.

Thực hiện phép thử trắng, thay thế thể tích mẫu bằng thể tích nước.

Thể tích của dung dịch natri hydroxit chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$, tiêu thụ không được vượt quá 2 ml.

R 64.3.12 Glyceraldehyt

Cho 5 ml dung dịch amoniac loãng (5 %) , 0,5 ml dung dịch bạc nitrat (1,7 %) vào 5 ml mẫu và gia nhiệt đến 60°C trong 5 phút, bảo quản dung dịch tránh khỏi ánh sáng.

CẢNH BÁO Dung dịch bạc amoniac có thể nổ; do vậy dung dịch phải loại bỏ ngay sau khi sử dụng.

Dung dịch phải giữ trong và không có màu.

TCVN 7764-3 : 2007

R 64.3.13 Các chất dễ bị cacbon hoá

Cho từ từ 5 ml dung dịch axit sulfuric (95 % $\pm$ 0,5 %) vào 5 ml mẫu, lắc mạnh và để yên trong 1 h.

Màu của dung dịch thu được không được đậm hơn màu của dung dịch tiêu chuẩn K (xem GM 18).

R 64.3.14 Nước

Cân 2 g mẫu, chính xác đến 0,000 1 g, pha loãng với 20 ml metanol (R 18) và áp dụng GM 12.

R 65 Hexaamoni heptanmolypdat tetrahydrat (NH₄)₆Mo₇O₂₄·4H₂O

Khối lượng phân tử tương đối: 1 235,86

R 65.1 Yêu cầu kỹ thuật

Thuốc thử [(NH ₄) ₆ Mo ₇ O ₂₄ ·4H ₂ O], %, không nhỏ hơn	99
Tạp chất không tan trong nước, %, không lớn hơn	0,01
Clorua (Cl), %, không lớn hơn	0,002
Arsenat, phosphat và silicat (tính theo SiO ₂), %, không lớn hơn	0,001
Sulfat (SO ₄), %, không lớn hơn	0,02
Chì (Pb), %, không lớn hơn	0,001

R 65.2 Phép thử

R 65.2.1 Thuốc thử

Cân khoảng 0,3 g mẫu, chính xác đến 0,000 1 g và hoà tan trong 50 ml nước, thêm dần hexametylentetramin để điều chỉnh pH nằm trong khoảng 5 và 6 (khoảng 4 g). Gia nhiệt đến 60 °C và chuẩn độ bằng dung dịch chì nitrat chuẩn độ tiêu chuẩn, $c[\text{Pb}(\text{NO}_3)_2] = 0,05 \text{ mol/l}$, sử dụng 0,1 % dung dịch nước của 4-(2-pyridylazo) resorcinol, muối dinatri (PAR) ¹⁾ làm chất chỉ thị, thêm nửa lượng hexametylentetramin để giữ dung dịch màu da cam, cho đến khi dung dịch chuyển rõ ràng từ màu da cam sang màu đỏ.

1,00 ml dung dịch chì(II) nitrat, $c[\text{Pb}(\text{NO}_3)_2] = 0,050 \text{ mol/l}$, tương đương với 0,008 828 g (NH₄)₆Mo₇O₂₄·4H₂O.

R 65.2.2 Tạp chất không tan trong nước

Lấy 10 g mẫu và áp dụng GM 1.

Khối lượng của cặn không được vượt quá 1 mg.

R 65.2.3 Clorua

Hoà tan 1 g mẫu trong 50 ml nước, lọc (nếu cần), qua giấy hoặc phễu lọc không có clorua. Thêm 2 ml axit nitric (R 19) vào 25 ml dung dịch và áp dụng GM 2.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 1 ml clorua SS II (1 ml $\hat{=}$ 0,002 % Cl).

¹⁾ Tên IUPAC: dinatri 4(2-pyridinylazo)benzen-1,3-diolat.

R 65.2.4 Arsenat, phosphat và silicat

Hoà tan 2,5 g mẫu trong 70 ml nước trong bình platin hoặc nhựa; tại cùng thời điểm chuẩn bị dung dịch so sánh có chứa 0,5 g mẫu và 2 ml silicat SS II ($2 \text{ ml} \hat{=} 0,001 \% \text{ SiO}_2$). Điều chỉnh pH tới 3 đến 4 với dung dịch axit clohydric (ρ khoảng 1,19 g/ml) pha loãng (1 + 9) và chuyển hai dung dịch sang hai cốc thủy tinh; thêm 1 ml đến 2 ml nước brom, điều chỉnh pH tới 1,7 đến 1,9 với dung dịch axit clohydric (R 13) pha loãng (1 + 9) và để yên trong 30 phút, thêm tiếp 10 ml axit clohydric (R 13), pha loãng đến thể tích 100 ml và chuyển cả hai dung dịch sang hai phễu chiết. Chiết với hỗn hợp gồm 1 ml 1-butanol và 30 ml 4-metyl-2-pentanone, loại bỏ pha nước và rửa pha ketonic ba lần bằng 10 ml dung dịch axit clohydric (ρ khoảng 1,19 g/ml) pha loãng (1 + 99), mỗi lần loại bỏ pha nước; sau đó thêm 10 ml dung dịch axit clohydric (ρ khoảng 1,19 g/ml) pha loãng (1 + 99) và khử với 0,2 ml dung dịch thiếc(II) clorua [$\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (R 38) 2 % pha trong axit clohydric (R 13)].

Màu xanh của dung dịch mẫu không được đậm hơn màu của dung dịch so sánh.

R 65.2.5 Sulfat

Hoà tan 1 g mẫu trong 5 ml nước nóng, thêm 5 ml axit nitric (R 19) và làm bay hơi đến khô cạn. Hoà tan cạn bằng 1 ml dung dịch axit clohydric 10 % và 10 ml nước, pha loãng đến thể tích 40 ml và lọc.

Lấy 20 ml phần nước lọc và áp dụng GM 3.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 1 ml sulfat SS I ($1 \text{ ml} \hat{=} 0,02 \% \text{ SO}_4$).

R 65.2.6 Chì

Hoà tan 1 g mẫu trong 50 ml nước, thêm 10 ml dung dịch amoniac (R 3), 2 ml dung dịch amoni xitrat (40 %) và 2 ml dung dịch kali xyanua (10 %), điều chỉnh pH tới 9 đến 9,5 và chiết với hai phần 5 ml của dung dịch dithizon ²¹ (0,002 % pha trong cacbon tetraclohua).

So sánh màu đỏ của dung dịch thu được với màu của dung dịch đối chứng tiêu chuẩn nhận được khi sử dụng 1 ml chì SS II, được xử lý như nhau ($1 \text{ ml} \hat{=} 0,001 \% \text{ Pb}$).

²¹ Tên IUPAC: 1,5-diphenylthiocacbazon.

R 66 Axit bromic HBr

Khối lượng phân tử tương đối: 80,92

R 66.1 Yêu cầu kỹ thuật

Thuốc thử (HBr)	47 đến 49 ¹⁾
Clorua (Cl), %, không lớn hơn	0,03
Iodua (I)	đạt (khoảng 0,002 %)
Phosphat (PO ₄), %, không lớn hơn	0,000 5
Sulfat và sulfit (tính theo SO ₄), %, không lớn hơn	0,003
Arsen (As), %, không lớn hơn	0,000 2
Kim loại nặng (tính theo Pb), %, không lớn hơn	0,000 5
Sắt (Fe), %, không lớn hơn	0,000 2
Tro sulfat, %, không lớn hơn	0,005

R 66.2 Chuẩn bị dung dịch thử

Thêm từ từ từng giọt nước brom bão hoà vào 50 g (34 ml) mẫu đến khi dung dịch có màu vàng bền và thêm tiếp 1 ml dung dịch natri cacbonat (R 30) (1 %). Làm bay hơi đến khô cạn trên bếp cách thuỷ, hoà tan cạn trong 1 ml nước và 0,1 ml dung dịch axit clohydric (25 %) bằng cách đun nhẹ và sau đó pha loãng đến thể tích 50 ml bằng nước.

R 66.3 Phép thử

R 66.3.1 Thuốc thử

Gắn kín ampun thuỷ tinh thành mỏng có chứa khoảng 0,3 g mẫu, cân chính xác đến 0,000 1 g, và chuyển sang bình nón dung tích 500 ml có chứa sẵn 200 ml nước. Đậy bình nón bằng nút thuỷ tinh nhám. Bẻ vỡ ampun bằng cách lắc mạnh và sau 5 phút lấy ra và rửa nút bằng nước. Chuẩn độ bằng dung dịch natri hydroxit chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/l}$, sử dụng chỉ thị metyl da cam (IS 4.3.5*) ²⁾

1,00 ml dung dịch natri hydroxit, $c(\text{NaOH}) = 1,000 \text{ mol/l}$, tương đương với 0,080 92 g HBr.

¹⁾ Axit bromic 40 % và 50 % phù hợp với yêu cầu kỹ thuật trên cũng có sẵn trên thị trường.

²⁾ Tên IUPAC: natri 4-[4(dimetylamino)phenylazo]benzensulfonat.

R 66.3.2 Clorua

Chuyển 1 g (0,68 ml) mẫu vào bình đáy tròn có nắp thủy tinh thông hơi và thêm hỗn hợp gồm 35 ml nước và 15 ml axit nitric (R 19). Đun nhẹ đến gần sôi và sục khí nitơ qua dung dịch cho đến khi dung dịch mất màu hoàn toàn. Thể tích của dung dịch không được giảm xuống dưới 40 ml. Làm nguội, pha loãng đến thể tích 100 ml.

Cho 1 ml dung dịch bạc nitrat chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{AgNO}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$, vào 20 ml dung dịch này.

So sánh độ đục của dung dịch thu được với dung dịch đối chứng tiêu chuẩn chuẩn độ tương tự sử dụng 3 ml clorua SS I ($3 \text{ ml} \pm 0,03 \% \text{ Cl}$).

R 66.3.3 Iodua

Pha loãng 4 g (2,7 ml) mẫu với 20 ml nước, thêm 0,2 ml dung dịch 10 % của sắt(III) clorua và 5 ml clorofom (R 7). Để yên trong 5 phút và sau đó lắc trong 1 phút.

Lớp clorofom thu được phải không có màu tím.

R 66.3.4 Phosphat

Lấy 5 ml dung dịch thử (R 66.2), pha loãng đến 20 ml với nước và áp dụng GM 4.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 2,5 ml phosphat SS II ($2,5 \text{ ml} \pm 0,0005 \% \text{ PO}_4$).

R 66.3.5 Sulfat và sulfit

Lấy 5 ml dung dịch thử (R 66.2), pha loãng đến thể tích 20 ml bằng nước và áp dụng GM 3.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 1,5 ml sulfat SS I ($1,5 \text{ ml} \pm 0,003 \% \text{ SO}_4$).

R 66.3.6 Arsen

Pha loãng 1 g (0,68 ml) mẫu đến thể tích 40 ml bằng nước và áp dụng GM 11.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 2 ml arsen SS III ($2 \text{ ml} \pm 0,0002 \% \text{ As}$).

R 66.3.7 Các kim loại nặng

Lấy 4 ml dung dịch thử (R 66.2), pha loãng đến thể tích 20 ml bằng nước và áp dụng GM 7.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 2 ml chì SS II ($2 \text{ ml} \pm 0,0005 \% \text{ Pb}$).

R 66.3.8 Sắt

Lấy 10 ml dung dịch thử (R 66.2) và áp dụng GM 8.1.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 2 ml sắt SS II ($2 \text{ ml} \pm 0,0002 \% \text{ Fe}$).

R 66.3.9 Tro sulfat

Lấy 40 g (27 ml) mẫu và áp dụng GM 17.

Khối lượng của cặn không được vượt quá 2 mg.

R 67 Axit flohydric HF

Khối lượng phân tử tương đối: 20,0

R 67.1 Yêu cầu kỹ thuật

Thuốc thử (HF)	40 đến 42 ¹⁾
Clorua (Cl), %, không lớn hơn	0,001
Hexaflosilicat (SiF ₆), %, không lớn hơn	0,05
Phosphat (PO ₄), %, không lớn hơn	0,000 2
Sulfat và sulfit (tính theo SO ₄), %, không lớn hơn	0,002
Kim loại nặng (tính theo Pb), %, không lớn hơn	0,000 1
Sắt (Fe), %, không lớn hơn	0,000 1
Tro sulfat, %, không lớn hơn	0,002

R 67.2 Chuẩn bị dung dịch thử

Chuyển 50 g (44,2 ml) mẫu vào đĩa platin và thêm 2 ml dung dịch natri cacbonat (R 30) (1 %) và 1 ml dung dịch hydro peroxit (30 %). Làm bay hơi đến khô cạn trên bếp cách thủy, hoà tan còn trong 1 ml nước và 0,2 ml dung dịch axit clohydric (25 %) bằng cách đun nhẹ rồi pha loãng đến thể tích 50 ml bằng nước.

R 67.3 Phép thử

R 67.3.1 Thuốc thử

Cân khoảng 2 g mẫu, chính xác đến 0,000 1 g, vào cốc platin có chứa sẵn 5 ml nước và đậy bằng nắp. Rửa sạch bằng 50 ml nước và chuyển toàn bộ vào đĩa platin hoặc cốc nhựa. Chuẩn độ bằng dung dịch natri hydroxit chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/l}$, sử dụng chỉ thị phenolphthalein (IS 4.3.9').

1,00 ml dung dịch natri hydroxit, $c(\text{NaOH}) = 1,000 \text{ mol/l}$, tương đương với 0,020 01 g HF.

R 66.3.2 Clorua

Pha loãng 2 g (1,8 ml) mẫu đến 20 ml với nước và áp dụng GM 2.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 2 ml clorua clorua SS II (2 ml $\hat{=}$ 0,001 % Cl).

¹⁾ Axit flohydric 48 % phù hợp với yêu cầu kỹ thuật trên cũng có sẵn trên thị trường.

R 67.3.3 Hexaflosilicat

Cho 0,5 g axit boric, 5 ml nước và 1 g natri cacbonat (R 30) vào 0,5 g (0,45 ml) mẫu trong đĩa platin. Khi phản ứng kết thúc, hoà tan hoàn toàn bằng cách đun nhẹ. Pha loãng đến thể tích 20 ml bằng nước và áp dụng GM 5.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn ở cùng điều kiện, sử dụng 2,5 ml flosilicat SS I ($2,5 \text{ ml} \approx 0,05 \% \text{SiF}_6$).

R 67.3.4 Phosphat

Lấy 20 ml dung dịch thử (R 67.2) và áp dụng GM 4.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 4 ml phosphat SS II ($4 \text{ ml} \approx 0,000 2 \% \text{PO}_4$).

R 67.3.5 Sulfat và sulfit

Lấy 5 ml dung dịch thử (R 67.2), pha loãng đến thể tích 10 ml bằng nước và áp dụng GM 3.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 1 ml sulfat SS I ($1 \text{ ml} \approx 0,002 \% \text{SO}_4$).

R 67.3.6 Các kim loại nặng

Lấy 10 ml dung dịch thử (R 67.2) và áp dụng GM 7.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 1 ml chì SS II ($1 \text{ ml} \approx 0,000 1 \% \text{Pb}$).

R 67.3.7 Sắt

Lấy 10 ml dung dịch thử (R 67.2) và áp dụng GM 8.1.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 1 ml sắt SS II ($1 \text{ ml} \approx 0,000 1 \% \text{Fe}$).

R 67.3.8 Tro sulfat

Chuyển 50 g (44,2 ml) mẫu vào đĩa platin đã cân và áp dụng GM 17.

Khối lượng của cặn không được vượt quá 1 mg.

R 68 Iot

Khối lượng phân tử tương đối: 253,8

R 68.1 Yêu cầu kỹ thuật

Thuốc thử (I_2), %, không nhỏ hơn	99,8
Clo và brom (tính theo Cl), %, không lớn hơn	0,005
Cặn còn lại sau khi bay hơi, %, không lớn hơn	0,005

R 68.2 Chuẩn bị dung dịch thử

Hoà tan 1 g mẫu trong 5 ml dung dịch natri hydroxit chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{NaOH}) = 2 \text{ mol/l}$ (dung dịch phải trong và không màu).

R 68.3 Phép thử**R 68.3.1 Thuốc thử**

Cân khoảng 0,5 g mẫu, chính xác đến 0,000 1 g và hoà tan trong hỗn hợp gồm 2 g kali iodua trong 5 ml nước. Pha loãng đến 50 ml với nước, thêm 5 ml dung dịch axit sulfuric (16 %) và chuẩn độ bằng dung dịch natri thiosulfat chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$, thêm chỉ thị tinh bột (IS 4.3.11*) vào cuối phép chuẩn độ.

1,00 ml dung dịch natri thiosulfat, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,100 \text{ mol/l}$, tương đương với 0,012 69 g I.

R 68.3.2 Clo và brom

Hoà tan 0,2 g mẫu trong 20 ml dung dịch hydrazin sulfat nóng (0,6 %) và trung hoà bằng dung dịch natri hydroxit chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/l}$. Sau khi thêm 0,5 ml dung dịch hydro peroxit (R 14) và 0,2 ml axit phosphoric (R 22), đuổi iot bằng cách đun nóng. Để nguội, pha loãng đến thể tích 20 ml bằng nước và áp dụng GM 2.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 1 ml clorua SS II ($1 \text{ ml} \equiv 0,005 \% \text{ Cl}$).

R 68.3.3 Cặn còn lại sau khi bay hơi

Lấy 50 g mẫu và áp dụng GM 14.

Khối lượng cặn không được vượt quá 1 mg.

R 69 Sắt(II) sulfat heptahydrat $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

Khối lượng phân tử tương đối: 278,02

R 69.1 Yêu cầu kỹ thuật

Thuốc thử ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$), %, không nhỏ hơn	99
Nitơ tổng, %, không lớn hơn	0,001
Clorua (tính theo Cl), %, không lớn hơn	0,001
Phosphat (PO_4), %, không lớn hơn	0,001
Arsen (As), %, không lớn hơn	0,000 2
Đồng (Cu), %, không lớn hơn	0,002 5
Sắt (Fe), %, không lớn hơn	0,025
Chì (Pb), %, không lớn hơn	0,002 5
Mangan (Mn), %, không lớn hơn	0,05
Kẽm (Zn), %, không lớn hơn	0,005
Các chất không bị kết tủa bởi amoniac, %, không lớn hơn	0,1

R 69.2 Chuẩn bị dung dịch thử

R 69.2.1 Dung dịch thử I

Hoà tan 15 g mẫu trong khoảng 100 ml nước, thêm 1 ml dung dịch axit sulfuric (20 %) và pha loãng đến thể tích 150 ml bằng nước.

R 69.2.2 Dung dịch thử II

Hoà tan 2 g mẫu trong 10 ml nước, thêm 3 ml axit nitric (R 19), đun nhẹ trong 1 phút đến 2 phút, để nguội và thêm 5 ml axit clohydric (R 13). Chuyển dung dịch này sang phễu chiết dung tích 100 ml, thêm 40 ml 4-metyl-2-pentanon và lắc mạnh trong 1 phút. Tách riêng pha nước, cô đặc đến thể tích khoảng 3 ml và pha loãng đến thể tích 20 ml bằng nước.

R 69.3 Phép thử

R 69.3.1 Thuốc thử

Cân khoảng 1 g mẫu, chính xác đến 0,000 1 g, hoà tan trong dung dịch nguội có chứa 100 ml nước, 10 ml axit sulfuric (R 37) và 5 ml axit phosphoric (R 22) và chuẩn độ ngay với dung dịch kali permanganat chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(1/5 \text{ KMnO}_4) = 0,1 \text{ mol/l}$.

1,00 ml dung dịch kali permanganat $c(1/5 \text{ KMnO}_4) = 0,100 \text{ mol/l}$, tương đương với 0,027 8 g $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$.

R 69.3.2 Nitơ tổng

Lấy 20 ml dung dịch thử I (R 69.2.1) và áp dụng GM 6.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 2 ml nitơ SS II ($2 \text{ ml} \cong 0,001 \% \text{ N}$).

R 69.3.3 Clorua

Lấy 10 ml dung dịch thử I (R 69.2.1) và áp dụng GM 2.

Đồng thời chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 1 ml clorua SS II ($1 \text{ ml} \cong 0,01 \% \text{ Cl}$).

R 69.3.4 Phosphat

Lấy 10 ml dung dịch thử I (R 69.2.1), thêm 1 ml axit nitric (R 19) và áp dụng GM 4.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 1 ml phosphat SS II ($1 \text{ ml} \cong 0,001 \% \text{ PO}_4$).

R 69.3.5 Arsen

Lấy 10 ml dung dịch thử I (R 69.2.1) và áp dụng GM 11.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 2 ml arsen SS III ($2 \text{ ml} \cong 0,0002 \% \text{ As}$).

R 69.3.6 Đồng, chì và kẽm

Xác định những nguyên tố này bằng AAS theo GM 29, sử dụng các điều kiện sau:

Nguyên tố	Nồng độ dung dịch	Nguồn lửa	Vạch cộng hưởng nm
Cu	Dung dịch thử II (R 69.2.2)	Axetylen-không khí	324,7
Pb			217,0 hoặc 283,3
Zn			213,9

R 69.3.7 Sắt (III)

Hoà tan nhanh 0,5 g mẫu trong 20 ml nước nguội, thêm 1 ml axit clohydric (R 13) và 5 ml dung dịch kali thioxianat (10 %).

Đồng thời chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn ở cùng điều kiện, sử dụng 12,5 ml sắt SS II ($12,5 \text{ ml} \cong 0,025 \% \text{ Fe}$).

R 69.3.8 Mangan

Lấy 10 ml dung dịch thử I (R 69.2.1), thêm 40 ml nước, 5 ml axit nitric (R 19), 5 ml axit phosphoric (R 22) và 1 g kali periodat. Đun nóng cho đến khi ngưng thoát hơi iot, giữ sôi trong khoảng 2 phút và để lại trên bếp cách thủy trong 30 phút. Để nguội và pha loãng đến thể tích 100 ml bằng nước.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn ở cùng điều kiện, sử dụng 5 ml mangan SS I ($5 \text{ ml} \cong 0,05 \% \text{ Mn}$).

R 69.3.9 Các chất không kết tủa bởi amoniac

Cho 5 ml axit nitric (R 19) vào 50 ml dung dịch thử I (R 69.2.1), đun sôi trong 10 phút và kết tủa sắt bằng cách thêm từ từ 50 ml dung dịch amoniac (6,8 %), thực hiện trong tủ hút. Đun nhẹ dung dịch khoảng 5 phút và pha loãng đến thể tích 150 ml bằng nước.

Lọc và làm bay hơi 60 ml phần nước lọc trong đĩa đã cân. Nung cạn ở nhiệt độ $600\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ đến khối lượng không đổi.

Khối lượng của cặn không được vượt quá 2 mg.

R 70 Axit L-Ascorbic

Khối lượng phân tử tương đối: 176,13

R 70.1 Yêu cầu kỹ thuật

Thuốc thử ($C_6H_8O_6$), %, không nhỏ hơn	99,7
Quay quang học đặc trưng $[\alpha]_D^{20}$: + 20,5° đến + 21,5°	
Clorua (Cl), %, không lớn hơn	0,005
Sulfat (SO_4), %, không lớn hơn	0,002
Kim loại nặng (tính theo Pb), %, không lớn hơn	0,001
Sắt (Fe), %, không lớn hơn	0,000 2
Lượng mất sau khi sấy (ở 105 °C), %, không lớn hơn	0,1
Tro sulfat, %, không lớn hơn	0,05

R 70.2 Chuẩn bị dung dịch thử

Hoà tan 10 g mẫu trong nước và pha loãng đến thể tích 100 ml (dung dịch phải trong và không màu).

R 70.3 Phép thử**R 70.3.1 Thuốc thử**

Cân khoảng 0,4 g mẫu, chính xác đến 0,000 1 g, hoà tan trong 80 ml nước, thêm 2 ml dung dịch axit sulfuric (25 %) và chuẩn độ bằng dung dịch iot chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(1/2 I_2) = 0,1 \text{ mol/l}$, sử dụng chỉ thị tinh bột (IS 4.3.11').

1,00 ml dung dịch iot, $c(1/2 I_2) = 0,100 \text{ mol/l}$, tương đương với 0,008 806 g $C_6H_8O_6$.

R 70.3.2 Quay quang học đặc trưng

Áp dụng GM 26, sử dụng các điều kiện sau:

Dung môi	Nước
Nồng độ	$c = 10 \text{ g/100 ml}$ dung dịch
Chiều dài ống	$l = 10 \text{ cm}$

R 70.3.3 Clorua

Đun nóng 10 ml dung dịch thử (R 70.2) với 5 ml axit nitric (R 19) trong 1 phút, để nguội và áp dụng GM 2, không thêm 1 ml dung dịch axit nitric (25 %).

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 5 ml clorua SS II ($5 \text{ ml} \hat{=} 0,005 \% \text{ Cl}$).

R 70.3.4 Sulfat

Lấy 10 ml dung dịch thử (R 70.2) và áp dụng GM 3.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 2 ml sulfat SS II ($2 \text{ ml} \hat{=} 0,002 \% \text{ SO}_4$).

R 70.3.5 Các kim loại nặng

Cho 1 g natri axetat khan vào 10 ml dung dịch thử (R 70.2) và áp dụng GM 7.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 1 ml chì SS II ($1 \text{ ml} \hat{=} 0,001 \% \text{ Pb}$).

R 70.3.6 Sắt

Lấy 10 ml dung dịch thử (R 70.2) và áp dụng GM 8.1.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 0,2 ml sắt SS II ($0,2 \text{ ml} \hat{=} 0,0002 \% \text{ Fe}$).

R 70.3.7 Lượng mất sau khi sấy

Sấy khô 2 g mẫu ở 105°C đến khối lượng không đổi.

Khối lượng mất không được vượt quá 2 mg.

R 70.3.8 Tro sulfat

Lấy 2 g mẫu và áp dụng GM 16.

Khối lượng của cặn không được vượt quá 1 mg.

R 71 Chi(II) axetat trihydrat $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$

* Khối lượng phân tử tương đối: 379,33

R 71.1 Yêu cầu kỹ thuật

Thuốc thử $[\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$, %, không nhỏ hơn	99,5
Clorua (Cl), %, không lớn hơn	0,000 5
Nitrat (NO_3), %, không lớn hơn	0,002
Canxi (Ca), %, không lớn hơn	0,005
Đồng (Cu), %, không lớn hơn	0,001
Sắt (Fe), %, không lớn hơn	0,001
Kali (K), %, không lớn hơn	0,005
Natri (Na), %, không lớn hơn	0,005

R 71.2 Chuẩn bị dung dịch thử

Hoà tan 20 g mẫu trong nước không có cacbon dioxit có chứa 0,2 ml axit axetat băng và pha loãng đến thể tích 200 ml với nước cùng loại (dung dịch phải trong và không màu).

R 71.3 Phép thử

R 71.3.1 Thuốc thử

Cân khoảng 0,6 g mẫu, chính xác đến 0,000 1 g, và hoà tan trong 100 ml nước.

Cho vào dung dịch này 20 ml dung dịch kali natri tartrat (28,2 %) và 50 mg hỗn hợp mordan đen 11 (4.3.8)¹⁾. Sau khi thêm 2 ml dung dịch amoniac (R 3), chuẩn độ bằng dung dịch EDTA chuẩn độ tiêu chuẩn, $\alpha(\text{EDTA}) = 0,1 \text{ mol/l}$, đến khi dung dịch có màu xanh.

1,00 ml dung dịch EDTA, $\alpha(\text{EDTA}) = 0,100 \text{ mol/l}$, tương đương với 0,037 933 g $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$.

R 71.3.2 Clorua

Lấy 10 ml dung dịch thử (R 71.2) và áp dụng GM 2.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 5 ml clorua SS III (5 ml $\hat{=}$ 0,000 5 % Cl).

¹⁾ Tên IUPAC: natri 3-hydroxy-4-(1-hydroxy-2-naphthylazo)-7-nitronaphtalen-1-sulfonat.

R 71.3.3 Nitrat

Pha loãng 20 ml dung dịch thử (R 71.2) đến thể tích 140 ml bằng nước trong thiết bị Kjeldahl và thêm 10 ml dung dịch natri hydroxit (27 %). Loại bỏ amoniac bằng cách đun nóng, cho 1,0 g hợp kim Devarda và áp dụng GM 6 bắt đầu từ "Để yên trong 1 h".

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 4 ml nitrat SS II ($4 \text{ ml} \cong 0,002 \% \text{ NO}_3$).

R 71.3.4 Canxi và đồng

Xác định những nguyên tố này bằng AAS theo GM 29, sử dụng các điều kiện sau:

Nguyên tố	Nồng độ dung dịch	Ngọn lửa	Vạch cộng hưởng nm
Ca	4 %	Axetylen-không khí	422,7
Cu			324,7

R 71.3.5 Sắt

Trộn 10 ml dung dịch thử (R 71.2) với 2,5 ml axit sulfuric (R 37), lọc và rửa kết tủa bằng 10 ml nước. Cho vào phần nước lọc 2 ml dung dịch axit 5-sulfosalixilic (20 %) và 10 ml dung dịch amoniac (R 3).

Sau 10 phút, màu vàng của dung dịch thu được không được đậm hơn dung dịch đối chứng tiêu chuẩn chuẩn bị tương tự, sử dụng 1 ml sắt SS II ($1 \text{ ml} \cong 0,001 \% \text{ Fe}$).

R 71.3.6 Kali và natri

Xác định những nguyên tố này bằng FES theo GM 30, sử dụng các điều kiện sau:

Nguyên tố	Nồng độ dung dịch	Ngọn lửa	Bước sóng nm
K	4 %	Axetylen-không khí	766,5
Na			589,0

R 72 Thuỷ ngân(II) clorua HgCl_2

Khối lượng phân tử tương đối: 271,50

R 72.1 Yêu cầu kỹ thuật

Thuốc thử (HgCl_2), %, không nhỏ hơn	99,5
Tạp chất không tan trong nước, %, không lớn hơn	0,01
Thuỷ ngân(I) clorua (Hg_2Cl_2), %, không lớn hơn	0,05
Nitơ tổng (N), %, không lớn hơn	0,002
Sắt (Fe), %, không lớn hơn	0,002
Chì (Pb), %, không lớn hơn	0,001
Cặn còn lại sau khi khử, %, không lớn hơn	0,02

R 72.2 Phép thử

R 72.2.1 Thuốc thử

Cân khoảng 1 g mẫu, chính xác đến 0,000 1 g, và hoà tan trong 100 ml nước, có chứa 10 g natri clorua (R 32).

Cho vào dung dịch này 45,0 ml dung dịch EDTA chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{EDTA}) = 0,1 \text{ mol/l}$, và 10 ml dung dịch đệm (RS) ¹⁾ và chuẩn độ ngược lượng EDTA dư bằng dung dịch magie clorua chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(1/2 \text{ MgCl}_2) = 0,1 \text{ mol/l}$, cho đến khi dung dịch chuyển sang màu tím, sử dụng hỗn hợp mordan đen 11 (4.3.8*).

1,00 ml dung dịch EDTA, $c(\text{EDTA}) = 0,100 \text{ mol/l}$, tương đương với 0,027 15 g HgCl_2 .

R 72.2.2 Tạp chất không tan trong nước

Lấy 10 g mẫu và áp dụng GM 1.

Khối lượng cặn không được vượt quá 1 mg.

¹⁾ Dung dịch thuốc thử (RS)

a) Dung dịch đệm tiêu chuẩn amoniac

Hoà tan 67,5 g amoni clorua (R 5) trong 150 ml nước, cho thêm 800 ml dung dịch amoniac (R 3) và pha loãng đến thể tích 1 000 ml bằng nước.

b) Dung dịch amoni nitrat đã axit hoá

Hoà tan 720 g amoni nitrat (R 45) trong 400 ml nước, cho thêm 128 ml dung dịch axit nitric (70 %) và pha loãng đến thể tích 1 000 ml bằng nước.

R 72.2.3 Thuỷ ngân(I) clorua

Hoà tan 2 g mẫu trong 50 ml etanol (R 11). Lọc qua phễu lọc và cẩn thận rửa cặn hai lần, mỗi lần 10 ml etanol cùng loại. Sấy khô ở 50 °C và cân.

Khối lượng của cặn không được vượt quá 1 mg.

R 72.2.4 Nitơ tổng

Hoà tan 2,5 g mẫu trong 50 ml nước, thêm 1 ml axit clohydric (R 13) và 5 g kẽm hạt. Đun nóng và lắc hỗn hợp trong khoảng 10 phút đến khi dung dịch trở nên trong. Pha loãng đến thể tích 200 ml và lọc. Lấy 100 ml phần nước lọc và áp dụng GM 6.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 2,5 ml nitơ SS II (2,5 ml $\pm$ 0,002 % N).

R 72.2.5 Sắt

Hoà tan 2 g mẫu bằng 20 ml nước ấm. Chuyển 5 ml dung dịch này vào phễu chiết thích hợp, thêm 10 ml dung dịch amoni nitrat đã axit hoá (RS) ¹⁾ và 5 ml dung dịch thenoyltrifloaxeton ²⁾ (15 % pha trong xylen). Lắc trong 30 phút, để tách và gạn lớp hữu cơ.

Màu của pha hữu cơ không được đậm hơn màu của dung dịch đối chứng tiêu chuẩn chuẩn bị tương tự, sử dụng 1 ml sắt SS II (1 ml $\pm$ 0,002 % Fe).

R 72.2.6 Chì

Làm bay hơi dung dịch sau khi khử (như đã mô tả trong R 72.2.7) đến khô cạn và hoà tan cặn trong 1 ml axit nitric (R 19), thêm 4 ml nước và sau đó pha loãng đến 10,0 ml.

Xác định chì bằng AAS theo GM 29, sử dụng các điều kiện sau:

Nguyên tố	Nồng độ dung dịch	Ngọn lửa	Vạch cộng hưởng nm
Pb	Dung dịch được chuẩn bị như trên	Axetylen-không khí	217,0 hoặc 283,3

R 72.2.7 Cặn sau khi khử

Hoà tan 10,0 g mẫu trong hỗn hợp gồm 25 ml nước và 25 ml dung dịch amoniac (R 3). Thêm 75 ml axit formic (98 %) và đun hồi lưu cho đến khi toàn bộ thuỷ ngân được khử thành kim loại. Để nguội, lọc qua giấy lọc thấm ướt, và rửa với lượng ít nước. Pha loãng phần nước lọc và nước rửa đến thể tích 150 ml và giữ lại 75 ml dung dịch này để xác định chì (R 72.2.6).

Cho 1 ml axit sulfuric (R 37) vào phần khác (75 ml) và làm bay hơi trong đĩa đã trừ bì trong tủ hút. Tiếp tục đun cho đến khi axit sulfuric dư bay hơi. Cuối cùng, nung ở 800 °C $\pm$ 25 °C trong 15 phút. Thực hiện phép thử trắng để hiệu chỉnh khối lượng thu được.

Khối lượng cặn không được vượt quá 1 mg.

²⁾ Tên IUPAC: 4,4,4-triflo-1-(2-thienyl)butan-1,3-dion.

R 73 Rượu dầu mỏ 40/60

R 73.1 Yêu cầu kỹ thuật

Màu theo đơn vị Hazen, không lớn hơn	10
Khối lượng riêng ở 20 °C, g/ml	0,640 đến 0,655
Vùng chưng cất	Không nhỏ hơn 90 % chưng cất giữa 40 °C và 60 °C
Cặn còn lại sau khi bay hơi, %, không lớn hơn	0,001
Benzen (C ₆ H ₆), %, không lớn hơn	0,025
Hợp chất lưu huỳnh (tính theo S), %, không lớn hơn	0,005
Sắt (Fe), %, không lớn hơn	0,000 1
Chì (Pb), %, không lớn hơn	0,000 1
Nước (H ₂ O), %, không lớn hơn	0,015

R 73.2 Phép thử

R 73.2.1 Màu theo đơn vị Hazen

Áp dụng GM 36.

R 73.2.2 Khối lượng riêng

Áp dụng GM 24.1.

R 73.2.3 Khoảng chưng cất

Áp dụng GM 25.1.

R 73.2.4 Cặn còn lại sau khi bay hơi

Lấy 50 g (77,5 ml) mẫu và áp dụng GM 14.

Khối lượng của cặn không được vượt quá 0,5 mg.

R 73.2.5 Benzen

Đo độ hấp thụ của mẫu trong tế bào của ống dẫn quang có chiều dài 1 cm tại bước sóng 255 nm dựa vào nước làm dung dịch so sánh.

Hàm lượng benzen, tính theo phần trăm khối lượng C₆H₆, theo công thức

$$\frac{A}{17,6}$$

trong đó

A là độ hấp thụ của mẫu.

R 73.2.6 Các hợp chất lưu huỳnh

Lấy 1 g (1,5 ml) mẫu và áp dụng GM 21.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 5 ml lưu huỳnh SS II ($5\text{ ml} \pm 0,005\% \text{ S}$).

R 73.2.7 Sắt và chì

Làm bay hơi 13 g (20 ml) mẫu đến khô cạn với 5 mg natri cacbonat (R 30) và hoà tan cạn trong 10 ml nước có chứa 0,5 ml axit nitric (R 19).

Xác định sắt và chì bằng AAS theo GM 29, sử dụng các điều kiện sau:

Nguyên tố	Nồng độ dung dịch	Ngọn lửa	Vạch cộng hưởng nm
Fe	Dung dịch được chuẩn bị theo mô tả ở trên	Axetylen-không khí	248,3
Pb			217,0 hoặc 283,3

R 73.2.8 Nước

Lấy 19,5 g (30 ml) mẫu, thêm 5 ml N-etylpiperidin làm chất xúc tác và áp dụng GM 12, sử dụng hỗn hợp gồm 20 ml metanol (R 18) và 10 ml clorofom (R 7) làm dung môi.

R 74 Oxit phosphoric(V)

Khối lượng phân tử tương đối: 141,94

R 74.1 Yêu cầu kỹ thuật

Thuốc thử (P_2O_5), %, không nhỏ hơn	98
Tạp chất không tan trong nước, %, không lớn hơn	0,02
Nitơ tổng (N), %, không lớn hơn	0,002
Kim loại nặng (tính theo Pb), %, không lớn hơn	0,005
Các chất khử permanganat (tính theo P_2O_3), %, không lớn hơn	0,02

R 74.2 Chuẩn bị dung dịch thử

Hoà tan cẩn thận 10 g mẫu trong nước và pha loãng 100 ml.

R 74.3 Phép thử**R 74.3.1 Thuốc thử**

Cân khoảng 1 g mẫu, chính xác đến 0,000 1 g, hoà tan cẩn thận trong cốc có chứa 100 ml nước và làm bay hơi đến khoảng 25 ml. Để nguội, pha loãng đến thể tích 120 ml và chuẩn độ bằng dung dịch natri hydroxit chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(NaOH) = 1 \text{ mol/l}$, sử dụng chỉ thị thymolphthalein xanh (IS 4.3.11¹⁾ ¹⁾.

1,00 ml dung dịch natri hydroxit, $c(NaOH) = 1,000 \text{ mol/l}$, tương đương với 0,035 49 g P_2O_5 .

R 74.3.3 Nitơ tổng

Lấy 10 ml dung dịch thử (R 74.2) và áp dụng GM 6.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 2 ml nitơ SS I ($2 \text{ ml} \doteq 0,002 \% \text{ N}$).

R 74.3.4 Kim loại nặng

Pha loãng 10 ml dung dịch thử (R 74.2) đến thể tích khoảng 20 ml bằng nước và trung hoà bằng dung dịch amoniac (R 3) đến màu hồng, sử dụng 2 giọt chỉ thị phenolphthalein (IS 4.3.9¹⁾). Điều chỉnh giá trị pH khoảng 3 đến 4 bằng cách thêm axit axetic (R 1) và pha loãng đến thể tích 50 ml bằng nước (dung dịch A).

¹⁾ Tên IUPAC: 3,3-bis(4-hydroxy-5-isopropyl-2-methylphenyl)phthalit.

TCVN 7764-3 : 2007

Lấy 30 ml dung dịch A và áp dụng GM 7.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn bằng cách thêm 10 ml dung dịch A vào 2 ml chì SS II ($2\text{ ml} \approx 0,005\% \text{ Pb}$).

R 74.3.5 Các chất khử permanganat

Hoà tan cẩn thận $10\text{ g} \pm 0,5\text{ g}$ mẫu trong 100 ml nước, thêm 10 ml dung dịch natri hydroxít (30 %), thêm tiếp natri hydro cacbonat cho đến khi hết sủi bọt và sau đó thêm 5,0 ml dung dịch kali permanganat chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(1/5 \text{ KMnO}_4) = 0,1\text{ mol/l}$. Đun sôi trong 5 phút, để nguội và thêm 10 ml dung dịch kali iodua (20 %) và 20 ml dung dịch axit sulfuric (20 %). Chuẩn độ với dung dịch natri thiosulfat chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,100\text{ mol/l}$, sử dụng chỉ thị tinh bột (IS 4.3.11").

Thực hiện phép thử trắng, thay thế phần mẫu thử bằng 7 ml axit sulfuric (R 37).

1,00 ml dung dịch natri thiosulfat, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,100\text{ mol/l}$, tương đương với 0,002 75 g P_2O_5

Độ chênh lệch giữa các thể tích dung dịch natri thiosulfat tiêu thụ không được quá 0,75 ml.

R 75 Kali bromat

KBrO₃

Khối lượng phân tử tương đối: 167,01

R 75.1 Yêu cầu kỹ thuật

Thuốc thử (KBrO ₃)	99,7
pH (dung dịch 5 %)	5 đến 9
Bromua (Br), %, không lớn hơn	0,02
Sulfat (SO ₄), %, không lớn hơn	0,005
Nitơ tổng (N), %, không lớn hơn	0,001
Kim loại nặng (tính theo Pb), %, không lớn hơn	0,000 5
Sắt (Fe), %, không lớn hơn	0,000 5
Natri (Na), %, không lớn hơn	0,01

R 75.2 Chuẩn bị dung dịch thử

R 75.2.1 Dung dịch thử I

Hoà tan 10 g mẫu trong nước và pha loãng đến 200 ml (dung dịch phải trong và không màu).

R 75.2.2 Dung dịch thử II

Làm bay hơi 2 g mẫu hai lần với 10 ml axit clohydric (R 13). Hoà tan cặn trong 1 ml axit clohydric (R 13) và 20 ml nước, trung hoà bằng dung dịch amoniac và pha loãng đến thể tích 30 ml bằng nước.

R 75.3 Phép thử

R 75.3.1 Thuốc thử

Cân khoảng 0,1 g mẫu, chính xác đến 0,000 1 g, và hoà tan trong 50 ml nước. Cho 2 g kali iodua và 5 ml dung dịch axit sulfuric (16 %) vào dung dịch này. Sau 10 phút, chuẩn độ lượng iot giải phóng ra bằng dung dịch natri thiosulfat chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$, sử dụng chỉ thị tinh bột (IS 4.3.11*) vào cuối phép chuẩn độ.

1,00 ml dung dịch natri thiosulfat, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,100 \text{ mol/l}$, tương đương với 0,002 783 5 g KBrO₃.

R 75.3.2 pH

Xác định pH của dung dịch 5 % của mẫu theo GM 31.1, sử dụng điện cực chỉ thị thủy tinh.

TCVN 7764-3 : 2007

R 75.3.3 Bromua

Hoà tan 5 g mẫu trong 60 ml nước và thêm 0,5 ml dung dịch axit sulfuric (4,9 %).

Sau 1 h, màu vàng của dung dịch thu được không được đậm hơn màu của dung dịch đối chứng tiêu chuẩn chuẩn bị tương tự, sử dụng 2 g mẫu và 6 ml bromua SS I ($6 \text{ ml} \approx 0,02 \% \text{ Br}$).

R 75.3.4 Sulfat

Lấy 15 ml dung dịch thử II (R 75.2.2) và áp dụng GM 3.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 5 ml sulfat SS II ($5 \text{ ml} \approx 0,005 \% \text{ SO}_4$).

R 75.3.5 Nitơ tổng

Lấy 15 ml dung dịch thử I (R 75.2.1), pha loãng đến thể tích 140 ml bằng nước và áp dụng GM 6.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 1 ml nitơ SS II ($1 \text{ ml} \approx 0,001 \% \text{ N}$).

R 75.3.6 Các kim loại nặng

Lấy 15 ml dung dịch thử II (R 75.2.2) và áp dụng GM 7.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 0,5 ml chì SS II ($0,5 \text{ ml} \approx 0,0005 \% \text{ Pb}$).

R 75.3.7 Sắt

Trộn 20 ml dung dịch thử I (R 75.2.1) với 2 ml dung dịch 5-sulfosalixilic (10 %) và 3 ml dung dịch amoniac (R 3).

Sau 10 phút, màu vàng không được đậm hơn màu của dung dịch đối chứng tiêu chuẩn chuẩn bị tương tự, sử dụng 0,5 ml sắt SS II ($0,5 \text{ ml} \approx 0,0005 \% \text{ Fe}$).

R 75.3.8 Natri

Xác định nguyên tố này bằng FES theo GM 30, sử dụng các điều kiện sau:

Nguyên tố	Nồng độ dung dịch	Ngọn lửa	Vạch cộng hưởng nm
Na	4 %	Oxy-axetylen	589,0

R 76 Kali cacbonat K_2CO_3

Khối lượng phân tử tương đối: 138,21

R 76.1 Yêu cầu kỹ thuật

Thuốc thử (Na_2CO_3 , sau khi sấy khô ở 300 °C), %, không nhỏ hơn	99,0
Tạp chất không tan trong nước, %, không lớn hơn	0,005
Clorua (Cl), %, không lớn hơn	0,003
Phosphat và silicat (tính theo SiO_2), %, không lớn hơn	0,005
Lưu huỳnh tổng (tính theo SO_4), %, không lớn hơn	0,003
Nitơ tổng (N), %, không lớn hơn	0,001
Canxi (Ca), %, không lớn hơn	0,002
Đồng (Cu), %, không lớn hơn	0,000 5
Sắt (Fe), %, không lớn hơn	0,000 5
Chì (Pb), %, không lớn hơn	0,000 5
Magie (Mg), %, không lớn hơn	0,002
Natri (Na), %, không lớn hơn	0,05
Lượng mất sau khi sấy (ở 300 °C), %, không lớn hơn	1,0

R 76.2 Phép thử

R 76.2.1 Thuốc thử

Cân khoảng 2,5 g mẫu đã sấy khô trước ở 300 °C, chính xác đến 0,000 1 g, và hoà tan trong 50 ml nước và chuẩn độ bằng dung dịch axit clohydric chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(HCl) = 1 \text{ mol/l}$, sử dụng chỉ thị bromophenol (IS 4.3.2')¹⁾.

1,00 ml dung dịch axit clohydric, $c(HCl) = 1,00 \text{ mol/l}$, tương đương với 0,069 11 g K_2CO_3 .

R 76.2.2 Tạp chất không tan trong nước

Lấy 50 g mẫu và áp dụng GM 1.

Khối lượng của cặn không được vượt quá 2,5 mg.

¹⁾ Tên IUPAC: 2,2',6,6'-tetrabromo-4,4'-(1,1-dioxo-2,1λ⁶-benzoxathiol-3,3-diyl)diphenol.

TCVN 7764-3 : 2007

R 76.2.3 Clorua

Hoà tan 1 g mẫu trong hỗn hợp gồm 45 ml nước, 5 ml dung dịch axit nitric (25 %) và áp dụng GM 2.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 3 ml clorua SS II ($3 \text{ ml} \pm 0,003 \% \text{ Cl}$).

R 76.2.4 Phosphat và silicat

Hoà tan 1 g mẫu trong hỗn hợp gồm 80 ml nước và 3 ml dung dịch axit clohydric (25 %). Đun sôi, để nguội, thêm 5 ml dung dịch hexaamoni heptamolyphden (10 %), điều chỉnh đến pH 1,8 và lại đun đến sôi. Để nguội, thêm 10 ml axit clohydric (R 13) và chiết với 50 ml 4-metyl-2-pentanone. Rửa pha hữu cơ bằng dung dịch axit clohydric (0,5 %) và khử bằng 0,2 ml dung dịch thiếc(II) clorua [$\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (R 38) 2 % pha trong axit clohydric (R 13)]. Làm khô pha hữu cơ bằng natri sulfat khan (R 35).

Màu xanh của pha hữu cơ không được đậm hơn màu của dung dịch đối chứng tiêu chuẩn chuẩn bị tương tự, sử dụng 5 ml silicat SS II ($5 \text{ ml} \pm 0,005 \% \text{ SiO}_2$).

R 76.2.5 Lưu huỳnh tổng

Hoà tan 1 g mẫu trong 10 ml nước, thêm 0,25 ml nước brom bão hoà, đun sôi, để nguội, trung hoà bằng dung dịch axit clohydric (25 %), và thêm dư 0,5 ml. Đun sôi để mất màu, để nguội, pha loãng đến thể tích 20 ml và áp dụng GM 3.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 3 ml sulfat SS II ($3 \text{ ml} \pm 0,003 \% \text{ SO}_4$).

R 76.2.6 Nitơ tổng

Hoà tan 2 g mẫu trong 100 ml nước và áp dụng GM 6.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 2 ml nitơ SS II ($2 \text{ ml} \pm 0,001 \% \text{ N}$).

R 76.2.7 Canxi, đồng, sắt, chì và magie

Xác định những nguyên tố này bằng AAS theo GM 29, sử dụng các điều kiện sau:

Nguyên tố	Nồng độ dung dịch	Ngọn lửa	Vạch cộng hưởng nm
Ca	Dung dịch 5 % của mẫu trong dung dịch axit clohydric, $c(\text{HCl}) = 0,5 \text{ mol/l}$	Axetylen-không khí	422,7
Cu	Hoà tan 12 g mẫu trong 100 ml nước, thêm 30 ml dung dịch axit clohydric (25 %), đun sôi, để nguội và pha loãng đến thể tích 150 ml bằng nước. áp dụng qui trình chiết dung môi theo GM 35		324,7
Fe			248,3
Pb			217,0 hoặc 283,3
Mg	Dung dịch 1 % của mẫu trong dung dịch axit clohydric, $c(\text{HCl}) = 0,5 \text{ mol/l}$		285,2

R 76.2.8 Natri

Xác định nguyên tố này bằng FES theo GM 30, sử dụng các điều kiện sau:

Nguyên tố	Nồng độ dung dịch	Ngọn lửa	Bước sóng nm
Na	Dung dịch 1 % của mẫu trong dung dịch axit clohydric, $c(\text{HCl}) = 0,5 \text{ mol/l}$	Oxy-axetylen	766,5

R 76.2.9 Lượng mất sau khi sấy

Sấy khô 3 g mẫu đến khối lượng không đổi ở 300 °C.

Lượng mất không được vượt quá 30 mg.

R 77 Kali clorua KCl

Khối lượng phân tử tương đối: 74,55

R 77.1 Yêu cầu kỹ thuật

Thuốc thử (KCl), %, không nhỏ hơn	99,5
pH (dung dịch 5 %)	5 đến 8
Bromua (Br), %, không lớn hơn	0,01
Iodua (I), %, không lớn hơn	0,002
Phosphat (PO_4), %, không lớn hơn	0,000 5
Sulfat (SO_4), %, không lớn hơn	0,002
Nitơ tổng (N), %, không lớn hơn	0,001
Kim loại nặng (tính theo Pb), %, không lớn hơn	0,000 5
Sắt (Fe), %, không lớn hơn	0,000 2
Bari (Ba), %, không lớn hơn	0,001
Canxi (Ca), %, không lớn hơn	0,002
Magie (Mg), %, không lớn hơn	0,002
Natri (Na), %, không lớn hơn	0,02

R 77.2 Chuẩn bị dung dịch thử

Hoà tan 20 g mẫu trong 150 ml nước (dung dịch phải trong và không màu) và pha loãng đến thể tích 200 ml.

R 77.3 Phép thử

R 77.3.1 Thuốc thử

Cân khoảng 0,3 g mẫu, chính xác đến 0,000 1 g, và hoà tan trong hỗn hợp 50 ml nước và 10 ml axit nitric (R 19), trong bình có nút thuỷ tinh nhám.

Cho vào dung dịch này 50 ml dung dịch bạc nitrat chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{AgNO}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$, và 3 ml nitrobenzen, lắc mạnh trong 1 phút. Chuẩn độ lượng bạc nitrat dư với dung dịch amoni thioxianat chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{NH}_4\text{SCN}) = 0,1 \text{ mol/l}$, sử dụng chỉ thị amoni sắt (III) sulfat (IS 4.3.1').

1,00 ml dung dịch bạc nitrat, $c(\text{AgNO}_3) = 0,100 \text{ mol/l}$, tương đương với 0,007 455 g KCl.

R 77.3.2 pH

Xác định pH của dung dịch mẫu 5 % theo GM 31.1, sử dụng thiết bị đo pH đã hiệu chuẩn.

R 77.3.3 Iodua

Hoà tan 11 g mẫu trong 50 ml nước, trong phễu chiết, thêm 2 ml axit clohydric (R 13) và 10 ml dung dịch sắt(III) clorua (4,5 %), lắc kỹ và để yên trong 5 phút.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 1 g mẫu, 10 ml bromua SS I ($10 \text{ ml} \hat{=} 0,01 \% \text{ Br}$), và 2 ml iodua SS I ($2 \text{ ml} \hat{=} 0,002 \% \text{ I}$), trong phễu chiết khác.

Cả hai dung dịch mẫu và dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, thêm 10 ml cacbon tetraclohua (R 54) và lắc trong 1 phút.

Màu hồng của pha mẫu phía dưới không được đậm hơn màu của pha đối chứng tiêu chuẩn phía dưới.

Giữ lại cả hai dung dịch cho phép thử trong R 77.3.4.

R 77.3.4 Bromua

Loại bỏ pha phía dưới của dung dịch nhận được trong R 77.3.3 và rửa dung dịch nước hai lần bằng 10 ml cacbon tetraclohua (R 54). Thêm 10 ml nước, 65 ml dung dịch axit sulfuric (60 %) và 15 ml axit cromic (RS 4.2.4'), lắc kỹ và để yên trong 5 phút. Thêm 10 ml cacbon tetraclohua và lắc trong 1 phút.

Màu nâu hơi vàng nhận được của pha mẫu phía dưới không được đậm hơn pha đối chứng tiêu chuẩn phía dưới.

R 77.3.5 Phosphat

Lấy 50 ml dung dịch thử (R 77.2), thêm 30 ml nước và áp dụng GM 4.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 2,5 ml phosphat SS II ($2,5 \text{ ml} \hat{=} 0,0005 \% \text{ PO}_4$).

R 77.3.6 Sulfat

Lấy 20 ml dung dịch thử (R 77.2) và áp dụng GM 3.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 4 ml sulfat SS II ($4 \text{ ml} \hat{=} 0,002 \% \text{ SO}_4$).

R 77.3.7 Nitơ tổng

Lấy 20 ml dung dịch thử (R 77.2) và áp dụng GM 6.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 2 ml nitơ SS II ($2 \text{ ml} \hat{=} 0,001 \% \text{ N}$).

R 77.3.8 Kim loại nặng

Lấy 40 ml dung dịch thử (R 77.2) và áp dụng GM 7.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 2 ml chì SS II ($2 \text{ ml} \hat{=} 0,0005 \% \text{ Pb}$).

R 77.3.9 Sắt

Lấy 20 ml dung dịch thử (R 77.2) và áp dụng GM 8.1.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 4 ml sắt SS III ($4 \text{ ml} \hat{=} 0,0002 \% \text{ Fe}$).

R 77.3.10 Canxi, magie và bari

Xác định những nguyên tố này bằng AAS theo GM 29, sử dụng các điều kiện sau:

Nguyên tố	Nồng độ dung dịch	Ngọn lửa	Vạch cộng hưởng nm
Ca	4 %	Axetylen-không khí	422,7
Mg			285,2
Ba	1 %	Oxit dinitơ-axetylen	553,5

R 77.3.11 Natri

Xác định nguyên tố này bằng FES theo GM 30, sử dụng các điều kiện sau:

Nguyên tố	Nồng độ dung dịch	Ngọn lửa	Bước sóng nm
Na	0,5 %	Oxy-axetylen	589,0

R 78 Kali xyanua KCN

Khối lượng phân tử tương đối: 74,55

R 78.1 Yêu cầu kỹ thuật

Thuốc thử (KCN), %, không nhỏ hơn	99,5
Clorua (Cl), %, không lớn hơn	0,1
Phosphat (PO_4), %, không lớn hơn	0,01
Sulfat (SO_4), %, không lớn hơn	0,01
Sulfua (S), %, không lớn hơn	0,001
Thioxyanat (SCN), %, không lớn hơn	0,01
Sắt (Fe), %, không lớn hơn	0,01
Chì (Pb), %, không lớn hơn	0,000 5
Natri (Na), %, không lớn hơn	0,5

R 78.2 Phép thử

R 78.2.1 Thuốc thử

Cân khoảng 0,5 g mẫu, chính xác đến 0,000 1 g, và hoà tan trong 50 ml nước.

Cho vào dung dịch này 5 ml dung dịch amoniac (10 %), 1 giọt dung dịchkali iodua (15 %) và chuẩn độ bằng dung dịch bạc nitrat chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{AgNO}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$, cho đến khi xuất hiện kết tủa.

1,00 ml dung dịch bạc nitrat, $c(\text{AgNO}_3) = 0,100 \text{ mol/l}$, tương đương với 0,013 02 g KCN.

R 78.2.2 Clorua

Hoà tan 1 g mẫu trong 50 ml nước, thêm 25 ml dung dịch formaldehyt (R 63), 5 ml axit nitric (R 9) và 5,0 ml dung dịch bạc nitrat chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{AgNO}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$. Lọc, rửa với nước và chuẩn độ phần nước lọc và cả phần nước rửa bằng dung dịch amoni thioxyanat chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{NH}_4\text{SCN}) = 0,1 \text{ mol/l}$, sử dụng chỉ thị amoni sắt(III) sulfat (IS 4.3.1').

Thể tích của dung dịch amoni thioxyanat chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{NH}_4\text{SCN}) = 0,1 \text{ mol/l}$, không được nhỏ hơn 4,70 ml.

R 78.2.3 Phosphat

Hoà tan 0,1 g mẫu trong 5 ml nước, cho 1 ml axit clohydric (R 13) và làm bay hơi đến khô cạn trong tủ hốt. Thêm 2,5 ml axit clohydric (R 13) và lại làm bay hơi đến khô cạn. Hoà tan cạn trong 20 ml nước và áp dụng GM 4.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 1 ml phosphat SS II ($1 \text{ ml} \hat{=} 0,01 \% \text{PO}_4$).

R 78.2.4 Sulfat

Hoà tan 1 g mẫu trong 15 ml nước, thêm 2 ml axit clohydric (R 13) và đun sôi nhẹ trong tủ hốt trong 5 phút. Để nguội, trung hoà với dung dịch natri hydroxit (20 %), pha loãng đến thể tích 20 ml bằng nước và áp dụng GM 3.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 1,0 ml sulfat SS I ($1,0 \text{ ml} \approx 0,01 \% \text{ SO}_4$).

R 78.2.5 Sulfua

Hoà tan 1 g mẫu trong 20 ml nước, thêm 5 ml dung dịch amoniac (10 %) và 0,5 ml chì axetat, gốc (RS 4.2.10').

So sánh màu sẫm của dung dịch thu được với màu sinh ra theo cách xử lý tương tự của 1 ml sulfua SS II được chuẩn bị bằng cách pha loãng sulfua SS I vừa mới chuẩn bị ($1 \text{ ml} \approx 0,001 \% \text{ S}$).

R 78.2.6 Thioxyanat

Hoà tan 2 g mẫu trong 20 ml nước, thêm 4 ml axit clohydric (R 13) và 1 giọt sắt(III) clorua (RS 4.2.8').

Màu đỏ không rõ ràng khi so sánh với hỗn hợp gồm 20 ml nước, 4 ml axit clohydric (R 13) và 1 giọt sắt(III) clorua RS.

R 78.2.7 Sắt và chì

Xác định những nguyên tố này bằng AAS theo GM 29, sử dụng các điều kiện sau:

Nguyên tố	Nồng độ dung dịch	Ngọn lửa	Vạch cộng hưởng nm
Fe	1 %		248,2
Pb	Hoà tan 15 g mẫu trong 150 ml nước và áp dụng qui trình chiết theo GM 35	Axetylen-không khí	217,0 hoặc 283,3

CẢNH BÁO Đối với các phương pháp thử chung GM 29 và GM 35, để an toàn phải chuẩn bị dung dịch thử trong tủ hút có độ thông thoáng tốt và chuyển dòng thải từ khoang phun của thiết bị quang phổ cũng như phần còn lại của dung dịch thử chưa dùng đến vào dung dịch alkan hypoclorua để phân huỷ hydro xyanua.

R 78.2.8 Natri

Xác định nguyên tố này bằng FES theo GM 30, sử dụng các điều kiện sau:

Nguyên tố	Nồng độ dung dịch	Ngọn lửa	Bước sóng nm
Na	0,1 %	Oxy-axetylen	589,0

R 79 Kali dihydro phosphat

KH_2PO_4

Khối lượng phân tử tương đối: 142,04

R 79.1 Yêu cầu kỹ thuật

Thuốc thử (KH_2PO_4 , sau sấy ở 110 °C), %, không nhỏ hơn	99,5
pH (dung dịch 5 %)	4,2 đến 4,5
Clorua (Cl), %, không lớn hơn	0,000 5
Sulfat (SO_4), %, không lớn hơn	0,005
Nitơ tổng (N), %, không lớn hơn	0,001
Kim loại nặng (tính theo Pb), %, không lớn hơn	0,001
Sắt (Fe), %, không lớn hơn	0,002
Natri (Na), %, không lớn hơn	0,02
Lượng mất sau khi sấy (ở 110 °C), %, không lớn hơn	0,2

R 79.2 Chuẩn bị dung dịch thử

Hoà tan 20 g mẫu trong nước và pha loãng đến thể tích 200 ml (dung dịch phải trong và không màu).

R 79.3 Phép thử

R 79.3.1 Thuốc thử

Cân khoảng 5 g mẫu đã sấy khô ở 110 °C, chính xác đến 0,000 1 g, hoà tan trong 95 ml nước vừa mới đun sôi và để nguội. Chuẩn độ điện thế bằng dung dịch natri hydroxit chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/l}$, điểm uốn khoảng pH 9,2 sử dụng điện cực chỉ thị thủy tinh.

1,00 ml dung dịch natri hydroxit, $c(\text{NaOH}) = 1,000 \text{ mol/l}$, tương đương với 0,136 09 g KH_2PO_4 .

R 79.3.2 pH

Xác định pH của dung dịch 5 % của mẫu theo GM 31.1, sử dụng thiết bị đo pH đã hiệu chuẩn.

R 79.3.3 Clorua

Lấy 20 ml dung dịch thử (R 79.2) và áp dụng GM 2.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 1 ml clorua SS II (1 ml $\hat{=}$ 0,000 5 % Cl).

R 79.3.4 Sulfat

Lấy 10 ml dung dịch thử (R 79.2) và áp dụng GM 3.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 5 ml sulfat SS II (5 ml $\hat{=}$ 0,005 % SO_4).

R 79.3.5 Nitơ tổng

Lấy 20 ml dung dịch thử (R 79.2), pha loãng đến thể tích 140 ml bằng nước và áp dụng GM 6.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 2 ml nitơ SS II ($2 \text{ ml} \hat{=} 0,001 \% \text{ N}$).

R 79.3.6 Các kim loại nặng

Lấy 30 ml dung dịch thử (R 79.2) và áp dụng GM 7.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 10 ml dung dịch thử (R 79.2) và 2 ml chì SS II ($2 \text{ ml} \hat{=} 0,001 \% \text{ Pb}$).

R 79.3.7 Sắt

Lấy 10 ml dung dịch thử (R 35.2), thêm 2 ml dung dịch axit 5-sulfosalixilic (20 %) và 5 ml dung dịch amoniac (R 3).

Sau 1 phút, màu vàng của dung dịch thu được không được đậm hơn màu của dung dịch đối chứng tiêu chuẩn chuẩn bị tương tự, sử dụng 2 ml sắt SS II ($2 \text{ ml} \hat{=} 0,002 \% \text{ Fe}$).

R 79.3.8 Natri

Xác định nguyên tố này bằng FES theo GM 30, sử dụng các điều kiện sau:

Nguyên tố	Nồng độ dung dịch	Ngọn lửa	Bước sóng nm
Na	2 %	Oxy-axetylen	589,0

R 79.3.9 Lượng mất sau khi sấy

Sấy 5 g mẫu ở 110 °C trong 1 h.

Lượng mất không được vượt quá 10 mg.

R 80 Kali hexaxyanoferrat(II) trihydrat

$K_4[Fe(CN)_6] \cdot 3H_2O$

Khối lượng phân tử tương đối: 422,41

R 80.1 Yêu cầu kỹ thuật

Thuốc thử $\{K_4[Fe(CN)_6] \cdot 3H_2O\}$, %, không nhỏ hơn	99
Tạp chất không tan trong nước, %, không lớn hơn	0,005
Clorua (Cl), %, không lớn hơn	0,01
Sulfat (SO_4), %, không lớn hơn	0,005
Natri (Na), %, không lớn hơn	0,02

R 80.2 Chuẩn bị dung dịch thử

Hoà tan 10 g mẫu trong nước và pha loãng đến thể tích 100 ml.

R 80.3 Phép thử

R 81.3.1 Thuốc thử

Cân khoảng 1 g mẫu, chính xác đến 0,000 1 g, và hoà tan trong 200 ml nước.

Cho vào dung dịch này 10 ml axit sulfuric (R 37), 2 ml axit phosphoric (R 22) và chuẩn độ với dung dịch kali permanganat chuẩn độ liều chuẩn, $c(1/5 KMnO_4) = 0,1 \text{ mol/l}$ cho đến khi chỉ còn màu permanganat.

1,00 ml dung dịch kali permanganat, $c(1/5 KMnO_4) = 0,100 \text{ mol/l}$, tương đương với 0,042 24 g $K_4[Fe(CN)_6] \cdot 3H_2O$.

R 80.3.2 Tạp chất không tan trong nước

Lấy 20 g mẫu và áp dụng GM 1.

Khối lượng của cặn không được vượt quá 1 mg.

R 80.3.3 Clorua

Lấy 20 ml dung dịch thử (R 80.2), thêm 30 ml nước và 50 ml dung dịch đồng(II) sulfat (R 9) (5 %). Sau 15 phút, lọc hoặc ly tâm hỗn hợp phản ứng.

Lấy 10 ml phần nước lọc trong và áp dụng GM 2.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 2 ml clorua SS II ($2 \text{ ml} \hat{=} 0,01 \% \text{ Cl}$).

R 80.3.4 Sulfat

Lấy 10 ml dung dịch thử (R 80.2) và áp dụng GM 3.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 5 ml sulfat SS II ($5 \text{ ml} \pm 0,005 \% \text{SO}_4$).

R 80.3.5 Natri

Xác định nguyên tố này bằng AAS theo GM 29, sử dụng các điều kiện sau:

Nguyên tố	Nồng độ dung dịch	Ngọn lửa	Vạch cộng hưởng nm
Na	0,5 %	Axetylen-không khí	589,0

R 81 Kali hexacyanoferrat(III) $K_3[Fe(CN)_6]$

Khối lượng phân tử tương đối: 329,26

R 81.1 Yêu cầu kỹ thuật

Thuốc thử $K_3[Fe(CN)_6]$, %, không nhỏ hơn	99
Tạp chất không tan trong nước, %, không lớn hơn	0,005
Clorua (Cl), %, không lớn hơn	0,01
Hexacyanoferrat(II) $\{[Fe(CN)_6]^{4-}\}$, %, không lớn hơn	0,02
Sulfat (SO_4), %, không lớn hơn	0,005
Natri (Na), %, không lớn hơn	0,02

R 81.2 Chuẩn bị dung dịch thử

Hoà tan 10 g mẫu trong nước và pha loãng đến thể tích 100 ml.

R 81.3 Phép thử

R 81.3.1 Thuốc thử

Cân khoảng 1 g mẫu, chính xác đến 0,000 1 g, và hoà tan trong 50 ml nước.

Cho vào dung dịch này 2 g kali iodua (R 25), 3 g kẽm sulfat heptahydrat ($ZnSO_4 \cdot 7H_2O$) và 1 ml axit clohydric (R 13). Chuẩn độ iot giải phóng ra bằng dung dịch natri thiosulfat chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(Na_2S_2O_3) = 0,1 \text{ mol/l}$, sử dụng chỉ thị tinh bột (IS 4.3.11').

Thực hiện phép thử trắng.

1,00 ml dung dịch natri thiosulfat, $c(Na_2S_2O_3) = 0,100 \text{ mol/l}$, tương đương với 0,032 93 g $K_3[Fe(CN)_6]$.

R 81.3.2 Tạp chất không tan trong nước

Lấy 20 g mẫu và áp dụng GM 1.

Khối lượng của cặn không được vượt quá 1 mg.

R 81.3.3 Clorua

Lấy 20 ml dung dịch thử (R 81.2), thêm 30 ml nước và 50 ml dung dịch đồng(II) sulfat (R 9) (5 %). Sau 15 phút, lọc hoặc ly tâm hỗn hợp phản ứng.

TCVN 7764-3 : 2007

Lấy 10 ml phần nước lọc trong và áp dụng GM 2.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 2 ml clorua SS II (2 ml $\pm$ 0,01 % Cl).

R 81.3.4 Hexacyanoferrat(II)

Lấy 10 ml dung dịch thử (R 81.2), thêm 20 ml nước và 0,25 ml sắt SS I.

Sau 15 phút, màu xanh biếc của dung dịch thu được không được đậm hơn màu của dung dịch đối chứng tiêu chuẩn chuẩn bị tương tự, sử dụng 5 ml dung dịch thử, 15 ml nước và 10 ml hexacyanoferrat(II) SS II { 10 ml $\pm$ 0,002 % $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$ }.

R 81.3.5 Sulfat

Lấy 10 ml dung dịch thử (R 81.2) và áp dụng GM 3.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 5 ml sulfat SS II (5 ml $\pm$ 0,005 % SO_4).

R 81.3.6 Natri

Xác định nguyên tố này bằng AAS theo GM 29, sử dụng các điều kiện sau:

Nguyên tố	Nồng độ dung dịch	Ngọn lửa	Vạch cộng hưởng nm
Na	0,5 %	Axetylen-không khí	589,0

R 82 Kali hydro phtalat

KOOC.C₆H₄COOH

Khối lượng phân tử tương đối: 204,23

R 82.1 Yêu cầu kỹ thuật

Thuốc thử (C ₆ H ₅ KO ₄), %, không nhỏ hơn	99,8
Clorua (Cl), %, không lớn hơn	0,002
Lưu huỳnh tổng (tính theo SO ₄), %, không lớn hơn	0,006
Kim loại nặng (tính theo Pb), %, không lớn hơn	0,000 5
Sắt (Fe), %, không lớn hơn	0,000 5
Natri (K), %, không lớn hơn	0,01
Lượng mất sau khi sấy (ở 105 °C), %, không lớn hơn	0,05

R 82.2 Chuẩn bị dung dịch thử

Hoà tan 10 g mẫu bằng cách đun nóng trong nước và pha loãng đến thể tích 100 ml (dung dịch phải trong và không màu).

R 82.3 Phép thử

R 82.3.1 Thuốc thử

Cân khoảng 4 g mẫu, chính xác đến 0,000 1 g, hoà tan trong 100 ml nước không có cacbon dioxit và chuẩn độ bằng dung dịch natri hydroxit chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/l}$, sử dụng chỉ thị phenolphthalein (IS 4.3.9').

1,00 ml dung dịch natri hydroxit, $c(\text{NaOH}) = 1,000 \text{ mol/l}$, tương đương với 0,204 23 g C₆H₅KO₄.

R 82.3.2 Clorua

Hoà tan 5 g mẫu trong 30 ml nước nóng, để nguội và thêm 10 ml axit nitric (R 19). Lọc axit phtalic kết tủa trên phễu lọc đã rửa không có clorua và pha loãng phần nước lọc đến thể tích 50 ml bằng nước.

Lấy 10 ml dung dịch này và áp dụng GM 2.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 2 ml clorua SS II (2 ml $\approx$ 0,002 % Cl).

R 82.3.4 Lưu huỳnh tổng

Trộn 2 g mẫu trong đĩa sứ với 1 g natri cacbonat, thêm 15 nước, làm bay hơi đến khô cạn và nung ở 800 °C trong 2 h. Để nguội, thêm 20 ml nước và 2 ml hydro peroxit (R 14) và gia nhiệt trên bếp cách thủy trong 15 phút. Thêm 5 ml dung dịch axit clohydric (25 %) và lại làm bay hơi đến khô cạn. Hoà tan cạn trong 10 ml nước, lọc và pha loãng đến thể tích 20 ml bằng nước.

Lấy dung dịch này và áp dụng GM 3.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 12 ml sulfat SS II (12 ml $\hat{=}$ 0,006 % SO₄).

R 82.3.4 Các kim loại nặng

Lấy 20 ml dung dịch thử (R 82.2) và áp dụng GM 7.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 1 ml chì SS II (1 ml $\hat{=}$ 0,000 5 % Pb).

R 82.3.5 Sắt

Lấy 20 ml dung dịch thử (R 82.2) và áp dụng GM 8.1.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 1 ml sắt SS II (1 ml $\hat{=}$ 0,000 5 % Fe).

R 82.3.6 Natri

Xác định nguyên tố này bằng FES theo GM 30, sử dụng các điều kiện sau:

Nguyên tố	Nồng độ dung dịch	Ngọn lửa	Vạch cộng hưởng nm
Na	1 %	Axetylen-không khí	589,0

R 82.3.7 Lượng mất sau khi sấy

Sấy 4 g mẫu ở 105 °C đến khối lượng không đổi.

Lượng mất không được vượt quá 2 mg.

R 83 Kali iodat

KIO₃

Khối lượng phân tử tương đối: 214,00

R 83.1 Yêu cầu kỹ thuật

Thuốc thử (KIO ₃), %, không nhỏ hơn	99,7
pH (dung dịch 5 %)	5 đến 8
Clorua, clorat, bromua và bromat (tính theo Cl), %, không lớn hơn	0,02
Iodua (I), %, không lớn hơn	0,002
Sulfat (SO ₄), %, không lớn hơn	0,005
Nitơ tổng (N), %, không lớn hơn	0,002
Kim loại nặng (tính theo Pb), %, không lớn hơn	0,000 5
Sắt (Fe), %, không lớn hơn	0,001
Natri (Na), %, không lớn hơn	0,01
Lượng mất sau khi sấy (ở 130 °C), %, không lớn hơn	0,05

R 83.2 Chuẩn bị dung dịch thử

R 83.2.1 Dung dịch thử I

Hoà tan 10 g mẫu trong nước và pha loãng đến thể tích 200 ml (dung dịch phải trong và không màu).

R 83.2.2 Dung dịch thử II

Làm bay hơi 6 g mẫu hai lần bằng 25 ml axit clohydric (R 13) và gia nhiệt cho đến khi iot bị loại hết.
Hoà tan cặn trong 2,5 ml dung dịch axit clohydric (25 %) và pha loãng đến thể tích 50 ml bằng nước.

R 83.2.3 Dung dịch thử III

Sử dụng qui trình qui định trong R 82.2.2, nhưng dùng 1 g mẫu.

R 83.3 Phép thử

R 83.3.1 Thuốc thử

Cân khoảng 1,5 g mẫu, chính xác đến 0,000 1 g, hoà tan trong nước trong bình định mức dung tích 200 ml và pha loãng đến vạch mức.

TCVN 7764-3 : 2007

Lấy 20,0 ml dung dịch này, thêm 3 g kali iodua (R 25) và 5 ml dung dịch axit clohydric (25 %) và pha loãng bằng 100 ml nước. Chuẩn độ iot tự do bằng dung dịch natri thiosulfat chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$, thêm chỉ thị tinh bột (IS 4.3.11*) về cuối phép chuẩn độ.

1,00 ml dung dịch natri thiosulfat, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,100 \text{ mol/l}$, tương đương với 0,003 566 7 g KIO_3 .

R 83.3.2 pH

Xác định pH của dung dịch 5 % của mẫu theo GM 31.1, sử dụng thiết bị đo pH đã hiệu chuẩn.

R 83.3.3 Clorua, clorat, bromua và bromat

Pha loãng 5 ml dung dịch thử (R 83.2.1) đến thể tích 15 ml bằng nước, thêm 20 ml dung dịch axit sulfuric (SO_2 5 %) và đun nhẹ trên bếp cách thủy trong 30 phút. Đun đến sôi, để nguội, thêm 10 ml dung dịch amoniac (R 3), 20 ml dung dịch bạc nitrat (1,7 %) và pha loãng đến thể tích 70 ml bằng nước. Lọc, lấy 35 ml phần nước lọc và axit hoá với 6 ml axit nitric (R 19).

Sau 5 phút, màu trắng sữa của dung dịch thu được không được lớn hơn màu của dung dịch đối chứng tiêu chuẩn chuẩn bị tương tự, sử dụng 5 ml clorua SS II ($5 \text{ ml} \pm 0,02 \% \text{ Cl}$).

R 83.3.4 Iodua

Lấy 25 ml dung dịch thử I (R 83.2.1), thêm 1 ml dung dịch axit sulfuric (9,8 %) và sau đó lắc với 1 ml clorofom (R 7).

Màu tím của lớp clorofom không được đậm hơn màu của dung dịch đối chứng tiêu chuẩn chuẩn bị tương tự, sử dụng 5 ml dung dịch thử I (R 83.2.1) và 2 ml iodua SS II ($2 \text{ ml} \pm 0,002 \% \text{ I}$).

R 83.3.5 Sulfat

Lấy 15 ml dung dịch thử II (R 83.2.2) và áp dụng GM 3, không thêm 0,5 ml dung dịch axit clohydric (20 %).

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 10 ml dung dịch thử III (R 83.2.3) và 5 ml sulfat SS II ($5 \text{ ml} \pm 0,005 \% \text{ SO}_4$).

R 83.3.6 Nitơ tổng

Pha loãng 20 ml dung dịch thử I (R 83.2.1) đến thể tích 140 ml bằng nước và áp dụng GM 6.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 2 ml nitơ SS II ($2 \text{ ml} \pm 0,002 \% \text{ N}$).

R 83.3.7 Kim loại nặng

Trung hoà 20 ml dung dịch thử II (R 83.2.2) và áp dụng GM 7.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 20 ml dung dịch thử III (R 83.2.3) và 1 ml chì SS II ($1 \text{ ml} \pm 0,000 5 \% \text{ Pb}$).

R 83.3.8 Sắt

Lấy 20 ml dung dịch thử II (R 83.2.2) và áp dụng GM 8.1.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 10 ml dung dịch thử III (R 83.2.3) và 1 ml sắt SS II (1 ml $\hat{=}$ 0,001 % Fe).

R 83.3.9 Natri

Xác định nguyên tố này bằng FES theo GM 30, sử dụng các điều kiện sau:

Nguyên tố	Nồng độ dung dịch	Ngọn lửa	Bước sóng nm
Na	4 %	Axetylen-không khí	589,0

R 83.3.10 Lượng mất sau khi sấy

Sấy 2 g mẫu ở 130 °C đến khối lượng không đổi.

Lượng mất không được vượt quá 1 mg.

R 84 Kali nitrat

Khối lượng phân tử tương đối: 101,10

R 84.1 Yêu cầu kỹ thuật

Thuốc thử (KNO ₃), %, không nhỏ hơn	99
pH (dung dịch 5 %)	5 đến 8
Clorua (Cl), %, không lớn hơn	0,001
Iodat, %, không lớn hơn	0,000 5
Nitrit, %, không lớn hơn	0,001
Phosphat (PO ₄), %, không lớn hơn	0,000 5
Sulfat (SO ₄), %, không lớn hơn	0,003
Kim loại nặng (tính theo Pb), %, không lớn hơn	0,000 5
Sắt (Fe), %, không lớn hơn	0,000 5
Amoni (NH ₄), %, không lớn hơn	0,001
Canxi (Ca), %, không lớn hơn	0,005
Natri (Na), %, không lớn hơn	0,02

R 84.2 Chuẩn bị dung dịch thử

Hoà tan 20 g mẫu trong 150 ml nước (dung dịch phải trong và không màu) và pha loãng đến 200 ml.

R 84.3 Phép thử**R 84.3.1 Thuốc thử**

Cân khoảng 0,4 g mẫu, chính xác đến 0,000 1 g, và hoà tan trong 50 ml nước không có cacbon dioxit và cho dung dịch đi qua cột trao đổi cation và rửa cột bằng nước cho đến khi phần nước rửa trung hoà (đường kính của cột khoảng 15 mm; chiều cao của nền nhựa khoảng 30 cm). Chuẩn độ nước rửa giải với dung dịch natri hydroxit chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$, sử dụng chỉ thị metyl đỏ (IS 4.3.6^{*}).

1,00 ml dung dịch natri hydroxit, $c(\text{NaOH}) = 0,100 \text{ mol/l}$, tương đương với 0,010 11 g KNO₃.

R 84.3.2 pH

Xác định pH của dung dịch 5 % của mẫu theo GM 31.1, sử dụng thiết bị đo pH đã hiệu chuẩn.

R 84.3.3 Clorua

Lấy 10 ml dung dịch thử (R 84.2), thêm 10 ml nước và áp dụng GM 2.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 1 ml clorua SS II ($1 \text{ ml} \hat{=} 0,001 \% \text{ Cl}$).

R 84.3.4 Iodat và nitrit

Hoà tan 1 g mẫu trong 10 ml nước, thêm 0,10 ml dung dịch kali iodua (10 %), 1 ml clorofom (R 7) và 1 ml axit axetic (R 1). Lắc nhẹ trong 5 phút.

Clorofom không đạt được màu hồng hoặc màu tím.

R 84.3.5 Phosphat

Lấy 40 ml dung dịch thử (R 84.2) và áp dụng GM 4.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 2 ml phosphat SS II ($2 \text{ ml} \hat{=} 0,0005 \% \text{ PO}_4$).

R 84.3.6 Sulfat

Lấy 30 ml dung dịch thử (R 84.2), thêm 20 ml axit clohydric (R 13), và làm bay hơi đến khô cạn. Hoà tan cạn trong 20 ml dung dịch axit clohydric (20 %), và lại làm bay hơi đến khô cạn. Hoà tan cạn trong 20 ml nước, lọc (nếu cần) và áp dụng GM 3

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 9 ml sulfat SS II ($9 \text{ ml} \hat{=} 0,003 \% \text{ SO}_4$).

R 84.3.7 Các kim loại nặng

Lấy 20 ml dung dịch thử (R 84.2) và áp dụng GM 7.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 1 ml chì SS II ($1 \text{ ml} \hat{=} 0,0005 \% \text{ Pb}$).

R 84.3.8 Sắt

Lấy 40 ml dung dịch thử (R 84.2), thêm 20 ml axit clohydric (R 13), và làm bay hơi đến khô cạn. Hoà tan cạn trong 15 ml dung dịch axit clohydric (20 %), và lại làm bay hơi đến khô cạn. Hoà tan cạn trong nước và pha loãng đến thể tích 40 ml.

Lấy 20 ml dung dịch này và áp dụng GM 8.1.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 1 ml sắt SS II ($1 \text{ ml} \hat{=} 0,0005 \% \text{ Fe}$).

R 84.3.9 Amoni

Lấy 40 ml dung dịch thử (R 84.2) và áp dụng GM 10.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 4 ml amoni SS II ($4 \text{ ml} \hat{=} 0,001 \% \text{ NH}_4$).

R 84.3.10 Canxi

Xác định nguyên tố này bằng AAS theo GM 29, sử dụng các điều kiện sau:

Nguyên tố	Nồng độ dung dịch	Ngọn lửa	Vạch cộng hưởng nm
Ca	2 %	Axetylen-không khí	422,7

R 84.3.11 Natri

Xác định nguyên tố này bằng FES theo GM 30, sử dụng các điều kiện sau:

Nguyên tố	Nồng độ dung dịch	Ngọn lửa	Bước sóng nm
Na	1 %	Axetylen-không khí	589,0

R 85 Kali sulfat

K_2SO_4

Khối lượng phân tử tương đối: 174,27

R 85.1 Yêu cầu kỹ thuật

Thuốc thử (K_2SO_4), %, không nhỏ hơn	99,0
pH (dung dịch 5 %)	5 đến 8
Nitơ tổng (N), %, không lớn hơn	0,000 5
Clorua (Cl), %, không lớn hơn	0,000 5
Arsen (As), %, không lớn hơn	0,000 2
Canxi (Ca), %, không lớn hơn	0,01
Kim loại nặng (tính theo Pb), %, không lớn hơn	0,000 5
Sắt (Fe), %, không lớn hơn	0,000 5
Natri (Na), %, không lớn hơn	0,02

R 85.2 Chuẩn bị dung dịch thử

Hoà tan 20 g mẫu trong 150 ml nước (dung dịch phải trong và không màu) và pha loãng đến 200 ml.

R 85.3 Phép thử

R 85.3.1 Thuốc thử

Cân khoảng 2 g mẫu, chính xác đến 0,000 1 g và hoà tan trong 50 ml nước. Cho dung dịch này đi qua cột trao đổi cation (axit mạnh) và rửa cột bằng nước cho đến khi phần nước rửa trung hoà (đường kính của cột khoảng 15 mm; chiều cao của nền nhựa khoảng 30 cm). Rửa bằng nước và chuẩn độ phần nước rửa và nước giải hấp kết hợp bằng dung dịch natri hydroxit chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(NaOH) = 1 \text{ mol/l}$, sử dụng chỉ thị phenolphtalein (IS 4.3.9').

1,00 ml dung dịch natri hydroxit, $c(NaOH) = 0,100 \text{ mol/l}$, tương đương với 0,087 135 g K_2SO_4 .

R 85.3.2 pH

Xác định pH của dung dịch 5 % của mẫu theo GM 31.1, sử dụng thiết bị đo pH đã hiệu chuẩn.

R 85.3.3 Nitơ tổng

Lấy 50 ml dung dịch thử (R 85.2) và áp dụng GM 6.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 2,5 ml nitơ SS II ($2,5 \text{ ml} \hat{=} 0,000 5 \% \text{ N}$).

R 85.3.4 Clorua

Lấy 20 ml dung dịch thử (R 85.2) và áp dụng GM 2.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 1 ml clorua SS II ($1 \text{ ml} \cong 0,0005\% \text{ Cl}$).

R 85.3.5 Arsen

Lấy 10 ml dung dịch thử (R 85.2) và áp dụng GM 11.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 2 ml arsen SS III ($2 \text{ ml} \cong 0,0002\% \text{ As}$).

R 85.3.6 Canxi

Xác định nguyên tố này bằng AAS theo GM 29, sử dụng các điều kiện sau:

Nguyên tố	Nồng độ dung dịch	Ngọn lửa	Vạch cộng hưởng nm
Ca	4 %	Axetylen-không khí	422,7

R 85.3.7 Các kim loại nặng

Lấy 20 ml dung dịch thử (R 85.2) và áp dụng GM 7.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 1 ml chì SS II ($1 \text{ ml} \cong 0,0005\% \text{ Pb}$).

R 85.3.8 Sắt

Lấy 30 ml dung dịch thử (R 85.2) và áp dụng GM 8.1.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 1,5 ml sắt SS II ($1,5 \text{ ml} \cong 0,0005\% \text{ Fe}$).

R 84.3.11 Natri

Xác định nguyên tố này bằng FES theo GM 30, sử dụng các điều kiện sau:

Nguyên tố	Nồng độ dung dịch	Ngọn lửa	Bước sóng nm
Na	1 %	Axetylen-không khí	589,0

R 86 Kali thioxyanat KSCN

Khối lượng phân tử tương đối: 97,18

R 86.1 Yêu cầu kỹ thuật

Thuốc thử (KSCN), %, không nhỏ hơn	98,0
pH (dung dịch 5 %)	5,3 đến 8,5
Clorua (Cl), %, không lớn hơn	0,005
Sulfat (SO_4), %, không lớn hơn	0,005
Sulfua (S), %, không lớn hơn	0,001
Amoni (NH_4), %, không lớn hơn	0,002
Đồng (Cu), %, không lớn hơn	0,000 5
Sắt (Fe), %, không lớn hơn	0,000 1
Chì (Pb), %, không lớn hơn	0,000 5
Natri (Na), %, không lớn hơn	0,015
Chất tiêu thụ iot (tính theo I), %, không lớn hơn	0,025

R 86.2 Phép thử

R 86.2.1 Thuốc thử

Cân khoảng 0,3 g mẫu, chính xác đến 0,000 1 g, và hoà tan trong 50 ml nước.

Cho vào dung dịch này 5 ml dung dịch axit nitric (25 %) và 50,0 ml dung dịch bạc nitrat chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{AgNO}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$, và chuẩn độ bạc nitrat dư bằng dung dịch amoni thioxyanat chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{NH}_4\text{SCN}) = 0,1 \text{ mol/l}$, sử dụng chỉ thị amoni sắt(III) sulfat (IS 4.3.1').

1,00 ml dung dịch bạc nitrat, $c(\text{AgNO}_3) = 0,100 \text{ mol/l}$, tương đương với 0,009 718 g KSCN.

R 86.2.2 pH

Xác định pH của dung dịch 5 % của mẫu theo GM 31.1, sử dụng thiết bị đo pH đã hiệu chuẩn.

R 86.2.3 Clorua

Hoà tan 1 g mẫu với 1 g amoni nitrat trong 20 ml nước, thêm 10 ml dung dịch hydro peroxit (R 14) và 2 ml dung dịch natri hydroxit (10 %). Đun nhẹ và lắc cẩn thận. Sau khi phản ứng kết thúc, thêm 10 ml hydro peroxit (R 14) khác, đun sôi trong 5 phút, để nguội và thêm 10 ml dung dịch axit nitric (25 %). Áp dụng GM 2.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 5 ml clorua SS II ($5 \text{ ml} \hat{=} 0,005 \% \text{ Cl}$).

TCVN 7764-3 : 2007

R 86.2.4 Sulfat

Hoà tan 2 g mẫu trong 20 ml nước và áp dụng GM 3.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 1 ml sulfat SS I ($1 \text{ ml} \doteq 0,005 \% \text{ SO}_4$).

R 86.2.5 Sulfua

Hoà tan 2 g mẫu trong 20 ml nước, thêm 20 ml dung dịch amoniac (R 3) và 3 ml dung dịch bạc nitrat (1,7 %).

CẢNH BÁO Dung dịch bạc amoniac có thể nổ; do vậy dung dịch này phải loại bỏ ngay sau khi sử dụng.

So sánh màu sẫm của dung dịch thu được với màu được tạo thành bởi cách xử lý tương tự 2 ml sulfua SS II ($2 \text{ ml} \doteq 0,001 \% \text{ S}$) chuẩn bị bằng cách pha loãng sulfua SS I vừa mới pha chế.

R 86.2.6 Amoni

Hoà tan 1 g mẫu trong 75 ml nước và áp dụng GM 10.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 2 ml amoni SS II ($2 \text{ ml} \doteq 0,002 \% \text{ NH}_4$).

R 86.2.7 Đồng, sắt và chì

Xác định nguyên tố này bằng AAS theo GM 29, sử dụng các điều kiện sau:

Nguyên tố	Nồng độ dung dịch	Ngọn lửa	Vạch cộng hưởng nm
Cu	Hoà tan 15 g mẫu trong 150 ml nước và áp dụng qui trình chiết theo GM 35	Axetylen-không khí	324,7
Fe			248,3
Pb			217,0 hoặc 283,3

R 86.2.8 Natri

Xác định nguyên tố này bằng FES theo GM 30, sử dụng các điều kiện sau:

Nguyên tố	Nồng độ dung dịch	Ngọn lửa	Bước sóng nm
Na	4 %	Axetylen-không khí	589,0

R 86.2.9 Các chất tiêu thụ iot

Hoà tan 5 g mẫu trong 50 ml nước, thêm 1 ml dung dịch axit sulfuric (10 %), 1 g kali iodua (R 25) và chuẩn độ với dung dịch iot chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(1/2 \text{ I}_2) = 0,01 \text{ mol/l}$, sử dụng chỉ thị tinh bột (IS 4.3.11').

Thể tích chất chuẩn độ không được vượt quá 1 ml ($1 \text{ ml} \doteq 0,025 \% \text{ I}$).

R 87 2-Propanol

C_3H_7OH

Khối lượng phân tử tương đối: 60,10

R 87.1 Yêu cầu kỹ thuật

Thuốc thử (C_3H_8O), %, không nhỏ hơn	99,7
Metanol (CH_3OH), %, không lớn hơn	0,1
Khối lượng riêng ở 20 °C, g/ml	0,784 đến 0,786
Cặn còn lại sau khi bay hơi, %, không lớn hơn	0,001
Độ axit (tính bằng milimol H^+), không lớn hơn	0,03/100 g
Sắt (Fe), %, không lớn hơn	0,000 01
Các hợp cacbonyl (tính theo CO), %, không lớn hơn	0,005
Nước, %, không lớn hơn	0,1

R 87.2 Phép thử

R 87.2.1 Thuốc thử và metanol

Áp dụng GM 34, sử dụng các điều kiện sau:

Pha tĩnh	Polyetylen glycol 400 hoặc 1 500
Chất mang	Cột hình ống có lỗ bao quanh thành (cột WCOT)
Chiều dài cột, m	25 đến 50
Đường kính trong của cột, mm.....	0,2 đến 0,3
Vật liệu cột	Thủy tinh
Nhiệt độ cột, °C	70
Nhiệt độ bơm, °C	150
Nhiệt độ detector, °C	150
Kiểu detector	Ngọn lửa ion hoá
Khí mang	Nitơ
Tốc độ dòng, ml/min	0,3
Phần mẫu thử, µl	0,5

R 87.2.2 Khối lượng riêng

Áp dụng GM 24.1.

TCVN 7764-3 : 2007

R 87.2.3 Cặn còn lại sau khi bay hơi

Lấy 100 g (127 ml) mẫu và áp dụng GM 14.

Khối lượng của cặn không được vượt quá 1 mg.

Giữ lại cặn để xác định sắt.

R 87.2.4 Độ axit

Lấy 100 g (127 ml) mẫu và áp dụng GM 13.1. chuẩn độ bằng dung dịch natri hydroxit chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{NaOH}) = 0,02 \text{ mol/l}$ và sử dụng bromothymol xanh làm chất chỉ thị.

Thể tích chuẩn độ không được vượt quá 1,5 ml.

R 87.2.5 Sắt

Hoà tan cặn của phép thử (R 87.2.3) trong 1 ml dung dịch axit clohydric (25 %), 9 ml nước và áp dụng GM 8.1.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 1 ml sắt SS II ($1 \text{ ml} \hat{=} 0,000 01 \% \text{ sắt}$).

R 87.2.6 Hợp chất cacbonyl

Lấy 1 g (1,3 ml) mẫu và áp dụng GM 23.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 5 ml cacbonyl SS II ($5 \text{ ml} \hat{=} 0,005 \% \text{ CO}$).

R 87.2.7 Nước

Lấy 7,8 g (10 ml) mẫu và áp dụng GM 12, sử dụng 20 ml metanol (R 18) làm dung môi.

R 88 Natri florua NaF

Khối lượng phân tử tương đối: 41,99

R 88.1 Yêu cầu kỹ thuật

Thuốc thử (NaF), %, không nhỏ hơn	99
Tạp chất không tan trong nước, %, không lớn hơn	0,02
Độ axit (tính bằng milimol H ⁺), không lớn hơn	2,5/100 g
Độ kiềm (tính bằng milimol OH ⁻), không lớn hơn	2/100 g
Clorua (Cl), %, không lớn hơn	0,003
Hexaflosilicat (SiF ₆), %, không lớn hơn	0,1
Sulfat (SO ₄), %, không lớn hơn	0,01
Kim loại nặng (tính theo Pb), %, không lớn hơn	0,001
Sắt (Fe), %, không lớn hơn	0,002
Lượng mất sau khi sấy (ở 150 °C), %, không lớn hơn	0,3

R 88.2 Chuẩn bị dung dịch thử và dung dịch so sánh

R 88.2.1 Dung dịch thử

Cho 10 ml axit clohydric (R 13) vào 7 g mẫu trong đĩa platin và làm bay hơi đến khô cạn trên bếp cách thủy. Lặp lại qui trình trên ba lần, sau đó hoà tan cạn trong nước, pha loãng đến thể tích 50 ml và lọc, nếu cần.

R 88.2.2 Dung dịch so sánh

Cho 5 ml sulfat SS I (5 ml $\hat{=}$ 0,01 % SO₄) và tiếp tục như chuẩn bị dung dịch thử (R 88.2.1), sử dụng cùng lượng thuốc thử.

R 88.3 Phép thử

R 88.3.1 Thuốc thử

Cân khoảng 0,15 g mẫu, chính xác đến 0,000 1 g, hoà tan trong 25 ml nước. Cho dung dịch này đi qua cột trao đổi ion (đường kính cột khoảng 15 mm) được nạp nhựa trao đổi cation với chiều cao khoảng 30 cm, Amberlit IR 120 (H⁺) trước khi rửa với nước cho đến khi phần rửa được trung hoà. Rửa bằng nước và cho phần nước rửa và nước giải hấp vào bình polyetylen. Chuẩn độ với dung dịch natri hydroxit chuẩn độ tiêu chuẩn, c(NaOH) = 0,1 mol/l, sử dụng chỉ thị phenolphthalein (IS 4.3.9').

1,00 ml dung dịch natri hydroxit, c(NaOH) = 0,100 mol/l, tương đương với 0,004 2 g NaF.

R 88.3.2 Tập chất không tan trong nước

Lấy 10 g mẫu và áp dụng GM 1.

Khối lượng của cặn không được vượt quá 2 mg.

R 88.3.3 Độ axit hoặc độ kiềm

Hoà tan 2 g mẫu trong 60 ml nước trong đĩa platin, thêm 10 ml dung dịch kali nitrat (30 %) và 0,3 ml chỉ thị phenolphthalein (IS 4.3.9*) và làm lạnh đến 0 °C.

Nếu dung dịch không màu, chuẩn độ bằng dung dịch natri hydroxit chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$, cho đến khi màu hồng giữ ổn định trong 15 giây. Thể tích chuẩn độ không được vượt quá 0,5 ml.

Nếu dung dịch có màu hồng, chuẩn độ bằng dung dịch axit clohydric chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$, cho đến khi dung dịch không màu. Thể tích chuẩn độ không được vượt quá 0,4 ml.

Giữ lại dung dịch để cho phép thử R 88.3.5.

R 88.3.4 Clorua

Hoà tan 0,5 g mẫu trong 20 ml nước, thêm 0,2 g axit boric (R 50) và áp dụng GM 2.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 1,5 ml clorua SS II ($1,5 \text{ ml} \hat{=} 0,003 \% \text{ Cl}$).

R 88.3.5 Flosilicat

Lấy dung dịch thu được trong phép thử (R 88 .3.3) và mang đun sôi. Nếu dung dịch mất màu trở lại, chuẩn độ bằng dung dịch natri hydroxit chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$, cho đến khi dung dịch có màu hồng bền.

1,00 ml dung dịch natri hydroxit, $c(\text{NaOH}) = 0,100 \text{ mol/l}$, tương đương với 0,003 55 g SiF_6 .

Thể tích chuẩn độ không được vượt quá 0,55 ml.

R 88.3.6 Sulfat

Lấy 20 ml dung dịch thử (R 88.2.1) và áp dụng GM 3.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 20 ml dung dịch so sánh (R 88.2.2).

R 88.3.7 Kim loại nặng

Hoà tan 2 g mẫu trong 55 ml nước bằng cách gia nhiệt trong đĩa platin. Chuyển dung dịch này sang bình polyetylen, điều chỉnh giá trị pH khoảng 3 đến 4 sử dụng axit axetic (R 1) và pha loãng đến thể tích 60 ml (dung dịch A).

Lấy 40 ml dung dịch A và áp dụng GM 7.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 10 ml dung dịch A với 1 ml chỉ SS II ($1 \text{ ml} \hat{=} 0,001 \% \text{ Pb}$).

R 88.3.8 Sắt

Lấy 10 ml dung dịch thử (R 88.2.1) và áp dụng GM 8.1.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 1 ml sắt SS I ($1 \text{ ml} \doteq 0,002 \% \text{ Fe}$).

R 88.3.9 Lượng mất sau khi sấy

Nung 2 g mẫu ở 150 °C đến khối lượng không đổi.

Lượng mất không được vượt quá 6 mg.

R 89 Natri hydro cacbonat NaHCO_3

Khối lượng phân tử tương đối: 84,01

R 89.1 Yêu cầu kỹ thuật

Thuốc thử (NaHCO_3), %, không nhỏ hơn	99,5
Clorua (Cl), %, không lớn hơn	0,001
Phosphat và silicat (tính theo SiO_2), %, không lớn hơn	0,005
Sulfat (SO_4), %, không lớn hơn	0,003
Nitơ tổng (N), %, không lớn hơn	0,000 5
Canxi (Ca), %, không lớn hơn	0,01
Kim loại nặng (tính theo Pb), %, không lớn hơn	0,000 5
Sắt (Fe), %, không lớn hơn	0,000 5
Magie (Mg), %, không lớn hơn	0,01
Kali (K), %, không lớn hơn	0,005
Các chất khử iot (tính theo I), %, không lớn hơn	0,006 5

R 89.2 Chuẩn bị dung dịch thử

Hoà tan 20 g mẫu trong 150 ml nước sôi và trung hoà với khoảng 20 ml axit clohydric (R 13). Chỉ đun đến sôi, để nguội và pha loãng đến thể tích 200 ml bằng nước.

R 89.3 Phép thử

R 89.3.1 Thuốc thử

Cân khoảng 3 g mẫu, chính xác đến 0,000 1 g, và hoà tan trong 50 ml nước, và chuẩn độ bằng dung dịch axit clohydric, $c(\text{HCl}) = 1 \text{ mol/l}$, sử dụng chỉ thị metyl cam (IS 4.3.5*).

1,00 ml dung dịch axit clohydric, $c(\text{HCl}) = 1,000 \text{ mol/l}$, tương đương với 0,084 007 g NaHCO_3 .

R 89.3.2 Clorua

Hoà tan 1 g mẫu trong 14 ml nước và 5 ml dung dịch axit nitric (25 %), áp dụng GM 2.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 1 ml clorua SS II (1 ml $\hat{=}$ 0,001 % Cl).

R 89.3.3 Phosphat và silicat

Lấy 10 ml dung dịch thử (R 89.2), thêm 5 ml dung dịch hexaamoni heptamolyphden (10 %), pha loãng đến thể tích 80 ml bằng nước và điều chỉnh đến pH 1,8. Đun sôi, để nguội, cho 10 ml axit

clohydric (R 13) và chiết với 50 ml 4-metyl-2-pentanon. Rửa pha hữu cơ ba lần với 20 ml dung dịch axit clohydric (0,5 %) và khử bằng 0,2 ml dung dịch thiếc(II) clorua [$\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 2 % pha trong axit clohydric (R 13)].

Màu xanh của pha hữu cơ không được đậm hơn màu của dung dịch đối chứng tiêu chuẩn chuẩn bị tương tự, sử dụng 5 ml silicat SS II ($5 \text{ ml} \pm 0,005 \% \text{ SiO}_2$).

R 89.3.4 Sulfat

Lấy 20 ml dung dịch thử (R 89.2) và áp dụng GM 3.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 6 ml sulfat SS II ($6 \text{ ml} \pm 0,003 \% \text{ SO}_4$).

R 89.3.5 Nitơ tổng

Lấy 20 ml dung dịch thử (R 89.2), pha loãng đến thể tích 140 ml bằng nước và áp dụng GM 6.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 1 ml nitơ SS II ($1 \text{ ml} \pm 0,0005 \% \text{ N}$).

R 89.3.6 Canxi

Xác định nguyên tố này bằng AAS theo GM 29, sử dụng các điều kiện sau:

Nguyên tố	Nồng độ dung dịch	Ngọn lửa	Vạch cộng hưởng nm
Ca	4 %	Axetylen-không khí	422,7

R 89.3.7 Kim loại nặng

Lấy 20 ml dung dịch thử (R 89.2) và áp dụng GM 7.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 1 ml chì SS II ($1 \text{ ml} \pm 0,0005 \% \text{ Pb}$).

R 89.3.8 Sắt

Lấy 20 ml dung dịch thử (R 89.2) và áp dụng GM 8.1.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 1 ml sắt SS II ($1 \text{ ml} \pm 0,0005 \% \text{ Fe}$).

R 89.3.9 Magie

Lấy 5 ml dung dịch thử (R 89.2), cho 5 ml dung dịch natri hydroxit (27 %) và 0,2 ml dung dịch titan vàng ¹⁾ (0,1 %) CI 19540.

¹⁾ Tên IUPAC: dinatri 6,6' -dimetyl-2,2' -(triazen-1,3-diyl-di-*p*-phenylen)bisbenzothiazol-7-sulfonat.

TCVN 7764-3 : 2007

Sau 5 phút, màu đỏ của dung dịch thu được không được đậm hơn màu của dung dịch đối chứng tiêu chuẩn chuẩn bị tương tự, sử dụng 5 ml magie SS II ($5 \text{ ml} \pm 0,01 \% \text{ Mg}$).

R 89.3.10 Kali

Xác định nguyên tố này bằng FES theo GM 30, sử dụng các điều kiện sau:

Nguyên tố	Nồng độ dung dịch	Ngọn lửa	Bước sóng nm
K	4 %	Axetylen-không khí	766,5

R 89.3.11 Chất khử iot

Hoà tan 2 g kali iodua (R 25) trong 200 ml nước, thêm 2 ml chỉ thị tinh bột (IS 4.3.11') và dung dịch iot chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(1/2 \text{ I}_2) = 0,1 \text{ mol/l}$, cho đến khi xuất hiện màu xanh da trời. Sau đó thêm 10 g mẫu.

Nếu màu xanh da trời biến mất, nó sẽ xuất hiện lại sau khi thêm 0,05 dung dịch iot chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(1/2 \text{ I}_2) = 0,1 \text{ mol/l}$.

R 90 Natri nitrat

NaNO₃

Khối lượng phân tử tương đối: 84,99

R 90.1 Yêu cầu kỹ thuật

Thuốc thử (NaNO ₃), %, không nhỏ hơn	99
pH (dung dịch 5 %)	5 đến 8
Clorua (Cl), %, không lớn hơn	0,001
Iodat (IO ₃), %, không lớn hơn	0,000 5
Nitrit (NO ₂), %, không lớn hơn	0,001
Phosphat (PO ₄), %, không lớn hơn	0,000 5
Sulfat (SO ₄), %, không lớn hơn	0,003
Kim loại nặng (tính theo Pb), %, không lớn hơn	0,000 5
Sắt (Fe), %, không lớn hơn	0,000 5
Amoni (NH ₄), %, không lớn hơn	0,002
Canxi (Ca), %, không lớn hơn	0,01
Kali (K), %, không lớn hơn	0,01

R 90.2 Chuẩn bị dung dịch thử

Hoà tan 20 g mẫu trong 100 ml nước (dung dịch phải trong và không màu) và pha loãng đến 200 ml.

R 90.3 Phép thử

R 90.3.1 Thuốc thử

Cân khoảng 0,3 g mẫu, chính xác đến 0,000 1 g, và hoà tan trong 50 ml nước không có cacbon đioxit và cho dung dịch đi qua cột trao đổi cation và rửa cột bằng nước cho đến khi phần nước rửa trung hoà (đường kính của cột khoảng 15 mm; chiều cao của nền nhựa khoảng 30 cm). Chuẩn độ nước giải hấp bằng dung dịch natri hydroxit chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$, sử dụng chỉ thị metyl đỏ (IS 4.3.6').

1,00 ml dung dịch natri hydroxit, $c(\text{NaOH}) = 0,100 \text{ mol/l}$, tương đương với 0,008 499 g NaNO₃.

R 90.3.2 pH

Xác định pH của dung dịch 5 % của mẫu theo GM 31.1, sử dụng thiết bị đo pH đã hiệu chuẩn.

R 90.3.3 Clorua

Lấy 10 ml dung dịch thử (R 90.2), thêm 10 ml nước và áp dụng GM 2.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 1 ml clorua SS II ($1 \text{ ml} \hat{=} 0,001 \% \text{ Cl}$).

R 90.3.4 Iodat và nitrit

Hoà tan 1 g mẫu trong 10 ml nước, thêm 0,10 ml dung dịch kali iodua (10 %), 1 ml clorofom (R 7) và 1 ml axit axetic (R 1). Lắc nhẹ trong 5 phút.

Clorofom không đạt được màu hồng hoặc màu tím.

R 90.3.5 Phosphat

Lấy 40 ml dung dịch thử (R 90.2) và áp dụng GM 4.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 2 ml phosphat SS II ($2 \text{ ml} \hat{=} 0,000 5 \% \text{ PO}_4$).

R 90.3.6 Sulfat

Lấy 30 ml dung dịch thử (R 90.2), thêm 20 ml axit clohydric (R 13), và làm bay hơi đến khô cạn. Hoà tan cạn trong 20 ml dung dịch axit clohydric (20 %), và lại làm bay hơi đến khô cạn. Hoà tan cạn trong 20 ml nước, lọc (nếu cần) và áp dụng GM 3.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 9 ml sulfat SS II ($9 \text{ ml} \hat{=} 0,003 \% \text{ SO}_4$).

R 90.3.7 Các kim loại nặng

Lấy 20 ml dung dịch thử (R 90.2) và áp dụng GM 7.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 1 ml chì SS II ($1 \text{ ml} \hat{=} 0,000 5 \% \text{ Pb}$).

R 90.3.8 Sắt

Lấy 40 ml dung dịch thử (R 90.2), thêm 15 ml axit clohydric (R 13), và làm bay hơi đến khô cạn. Hoà tan cạn trong 15 ml dung dịch axit clohydric (20 %), và lại làm bay hơi đến khô cạn. Hoà tan cạn trong nước và pha loãng đến thể tích 40 ml.

Lấy 20 ml dung dịch này và áp dụng GM 8.1.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 1 ml sắt SS II ($1 \text{ ml} \hat{=} 0,000 5 \% \text{ Fe}$).

R 90.3.9 Amoni

Lấy 20 ml dung dịch thử (R 90.2) và áp dụng GM 10.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 4 ml amoni SS II ($4 \text{ ml} \hat{=} 0,002 \% \text{ NH}_4$).

R 90.3.10 Canxi

Xác định nguyên tố này bằng AAS theo GM 29, sử dụng các điều kiện sau:

Nguyên tố	Nồng độ dung dịch	Ngọn lửa	Vạch cộng hưởng nm
Ca	2 %	Axetylen-không khí	422,7

R 90.3.11 Kali

Xác định nguyên tố này bằng FES theo GM 30, sử dụng các điều kiện sau:

Nguyên tố	Nồng độ dung dịch	Ngọn lửa	Bước sóng nm
K	4 %	Axetylen-không khí	766,5

R 91 Natri peroxit

Na_2O_2

Khối lượng phân tử tương đối: 77,98

R 91.1 Yêu cầu kỹ thuật

Thuốc thử (Na_2O_2), %, không nhỏ hơn	95
Clorua (Cl), %, không lớn hơn	0,002
Phosphat (PO_4), %, không lớn hơn	0,000 5
Sulfat (SO_4), %, không lớn hơn	0,001
Nitơ tổng (N), %, không lớn hơn	0,003
Nhôm (Al), %, không lớn hơn	0,005
Kim loại nặng (tính theo Pb), %, không lớn hơn	0,002
Sắt (Fe), %, không lớn hơn	0,005

R 91.2 Chuẩn bị dung dịch thử

Cho 20 g mẫu vào 100 ml nước trong bình polyetylen và gia nhiệt trên bếp cách thủy cho đến khi phản ứng kết thúc. Để nguội, trung hoà với khoảng 63 ml dung dịch axit clohydric (25 %), thêm lượng dư 3 ml và gia nhiệt. Để nguội và pha loãng đến thể tích 200 ml bằng nước.

R 91.3 Phép thử

R 91.3.1 Thuốc thử

Cân khoảng 0,5 g mẫu, chính xác đến 0,000 1 g, hoà tan các phần nhỏ trong khoảng 400 ml axit sulfuric (1 %) trong bình định mức dung tích 500 ml và pha loãng đến vạch mức với cùng dung môi.

Lấy 100,00 ml dung dịch này và chuẩn độ bằng dung dịch kali permanganat chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(1/5 \text{ KMnO}_4) = 0,1 \text{ mol/l}$, đến khi dung dịch có màu hồng nhạt.

1,00 ml dung dịch kali permanganat, $c(1/5 \text{ KMnO}_4) = 0,100 \text{ mol/l}$, tương đương với 0,003 898 9 g Na_2O_2 .

R 91.3.2 Sulfat

Lấy 40 ml dung dịch thử (R 91.2) và áp dụng GM 3, không thêm 0,5 ml dung dịch axit clohydric (20 %).

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 0,4 ml axit clohydric (R 13) và 4 ml sulfat SS II ($4 \text{ ml} \hat{=} 0,001 \% \text{ SO}_4$).

R 91.3.5 Nitơ tổng

Cho 25 ml nước và 1 ml axit sulfuric (R 37) vào trong đĩa platin và để nguội, thêm 1 g mẫu. Để qua đêm cho đến khi phân huỷ hoàn toàn, pha loãng đến thể tích 140 ml bằng nước và áp dụng GM 6.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 1 ml axit sulfuric (R 37) và 3 ml nitơ SS II ($3 \text{ ml} \approx 0,003 \% \text{ N}$).

R 91.3.6 Nhôm

Lấy 5 ml dung dịch thử (R 91.2), thêm 0,1 ml dung dịch axit axetic (30 %), 5 ml dung dịch natri axetat trihydrat (20 %) và 10 ml metanol (R 18), trộn với 0,1 ml dung dịch morin CI 75660 ¹⁾ [0,2 % pha trong metanol (R 18)].

Sau 10 phút, màu xanh huỳnh quang thu được dưới đèn UV không được đậm hơn dung dịch đối chứng tiêu chuẩn chuẩn bị tương tự, sử dụng 2,5 ml nhôm SS II ($2,5 \text{ ml} \approx 0,005 \% \text{ Al}$).

R 91.3.7 Các kim loại nặng

Lấy 20 ml dung dịch thử (R 91.2) và trung hoà bằng dung dịch amoniac (10 %). Cho 0,5 ml dung dịch axit axetic (30 %), 1 ml dung dịch axit acrobic (1 %) và sau đó bão hoà bằng hydro sulfua.

Màu nâu của dung dịch thu được không được đậm hơn màu của dung dịch đối chứng tiêu chuẩn chuẩn bị tương tự, sử dụng 4 ml chì SS II ($4 \text{ ml} \approx 0,002 \% \text{ Pb}$).

R 91.3.8 Sắt

Lấy 5 ml dung dịch thử (R 91.2) và áp dụng GM 8.1.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 2,5 ml sắt SS II ($2,5 \text{ ml} \approx 0,005 \% \text{ Fe}$).

¹⁾ Tên IUPAC: 2',3,4',5,7-Pentahydroxyflavon.

R 92 Tinh bột, tan

(C₆H₁₀O₅)_n

R 92.1 Yêu cầu kỹ thuật

pH (dung dịch 2 %)	6,0 đến 7,5
Độ nhạy với iot	đạt
Chất khử thuốc thử Fehling (tính theo maltose), %, không lớn hơn	0,7
Lượng mất sau khi sấy, %, không lớn hơn	13
Tro sulfat, %, không lớn hơn	0,5

R 92.2 Chuẩn bị dung dịch thử

Chuẩn bị hồ bột gồm 2 g mẫu và 10 ml nước, thêm 90 ml nước nóng và đun sôi trong 2 phút (dung dịch hầu như trong và sau khi để nguội trở thành trắng sữa hoặc đục nhưng không phải gel).

R 92.3 Phép thử**R 92.3.1 pH**

Xác định pH của dung dịch thử (R 92.2) theo GM 31.1, sử dụng thiết bị đo pH đã hiệu chuẩn.

R 92.3.2 Độ nhạy với iot

Trộn 2,5 ml dung dịch thử (R 92.2) với 97,5 ml nước và 0,5 ml dung dịch iot chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(1/2 I_2) = 0,01 \text{ mol/l}$.

Màu xanh da trời sẽ biến mất sau khi cho 0,5 ml dung dịch natri thiosulfat chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(Na_2S_2O_3) = 0,01 \text{ mol/l}$.

R 92.3.3 Các chất khử thuốc thử Fehling

Lấy 10 g mẫu và lắc với 100 ml nước trong 15 phút. Sau 12 h, lọc qua phễu lọc thủy tinh xốp. Lấy 50 ml phần nước lọc, thêm 50 ml thuốc thử Fehling và đun đến sôi trong 2 phút. Lọc bỏ đồng(I) oxit, rửa với nước, etanol và diethyl ete và sấy ở 105 °C đến khối lượng không đổi.

Khối lượng cần không được vượt quá 50 mg ($50 \text{ mg Cu}_2\text{O} \approx 0,7 \% \text{ maltose}$).

R 92.3.4 Lượng mất sau khi sấy

Sấy 1 g mẫu ở 105 °C trong 2 h.

Lượng mất không được vượt quá 130 mg.

R 92.3.5 Tro sulfat

Lấy 1 g mẫu và áp dụng GM 17.

Khối lượng cần không được vượt quá 5 mg.

R 93 (+)-Tartaric axit $\text{HOOC(CHOH)}_2\text{COOH}$

Khối lượng phân tử tương đối: 150,09

R 93.1 Yêu cầu kỹ thuật

Thuốc thử ($\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_6$), %, không nhỏ hơn	99,5
Clorua (Cl), %, không lớn hơn	0,000 5
Canxi (Ca), %, không lớn hơn	0,002
Đồng (Cu), %, không lớn hơn	0,000 5
Sắt (Fe), %, không lớn hơn	0,000 5
Chì (Pb), %, không lớn hơn	0,000 5
Tro sulfat, %, không lớn hơn	0,01

R 93.2 Chuẩn bị dung dịch thử

Hoà tan 20 g mẫu trong nước và pha loãng đến thể tích 200 ml (dung dịch phải trong và không màu).

R 93.3 Phép thử

R 93.3.1 Thuốc thử

Cân khoảng 3 g mẫu, chính xác đến 0,000 1 g, và hoà tan trong 50 ml nước, và chuẩn độ bằng dung dịch axit clohydric, $c(\text{HCl}) = 1 \text{ mol/l}$, sử dụng chỉ thị metyl cam (IS 4.3.5').

1,00 ml dung dịch axit clohydric, $c(\text{HCl}) = 1,000 \text{ mol/l}$, tương đương với 0,084 007 g NaHCO_3 .

R 93.3.2 Clorua

Lấy 20 ml dung dịch thử (R 93.2), axit hoá bằng 1 ml dung dịch axit nitric (25 %), áp dụng GM 2.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 1 ml clorua SS II (1 ml $\hat{=}$ 0,000 5 % Cl).

R 93.3.3 Canxi, đồng và chì

Xác định những nguyên tố này bằng AAS theo GM 29, sử dụng các điều kiện sau:

Nguyên tố	Nồng độ dung dịch	Ngọn lửa	Vạch cộng hưởng nm
Ca	4 %	Axetylen-không khí	422,7
Cu	5 %		324,7
Pb			217,0 hoặc 283,3

R 93.3.4 Sắt

Hoà tan 0,05 g kali peroxodisulfat trong hỗn hợp gồm 20 ml dung dịch thử (R 93.2), 30 ml nước và 5 ml axit clohydric (R 13) và thêm 2 ml dung dịch amoni thioxyanat (5 %).

Sau 1 phút, màu đỏ của dung dịch thu được không được đậm hơn màu của dung dịch đối chứng tiêu chuẩn chuẩn bị tương tự, sử dụng 1 ml sắt SS II (1 ml $\hat{=}$ 0,000 5 % Fe).

R 93.3.5 Tro sulfat

Lấy 10 g mẫu và áp dụng GM 16.

Khối lượng cặn không được vượt quá 1 mg.

R 94 Trinatri xitrat dihydrat

$C_6H_5Na_3O_7 \cdot 2H_2O$

Khối lượng phân tử tương đối: 294,10

R 94.1 Yêu cầu kỹ thuật

Thuốc thử ($C_6H_5Na_3O_7 \cdot 2H_2O$), %, không nhỏ hơn	99,0
pH (dung dịch 5 %)	7,5 đến 9,0
Nitơ tổng (N), %, không lớn hơn	0,001
Clorua (Cl), %, không lớn hơn	0,001
Phosphat (PO_4), %, không lớn hơn	0,002
Sulfat (SO_4), %, không lớn hơn	0,005
Kim loại nặng (tính theo Pb), %, không lớn hơn	0,000 5
Sắt (Fe), %, không lớn hơn	0,000 5
Các chất dễ bị cacbon hoá	đạt

R 94.2 Chuẩn bị dung dịch thử và dung dịch so sánh

R 94.2.1 Dung dịch thử I

Hoà tan 20 g mẫu trong nước và pha loãng đến thể tích 100 ml.

R 94.2.2 Dung dịch thử II

Lấy 7 g mẫu, thêm 0,2 ml trioxovanadat của dung dịch amoni (1 %) và 20 ml axit nitric (R 19) và giữ hỗn hợp này trong cốc trên bếp cách thủy cho đến khi phản ứng kết thúc. Làm bay hơi đến khô cạn. Cho 10 ml axit nitric (R 19) và lặp lại sự phân huỷ và bay hơi trên bếp cách thủy. Cho 10 ml dung dịch axit clohydric (20 %), làm bay hơi đến khô cạn và lặp lại qui trình này một lần nữa. Sau đó hoà tan cạn bằng một lượng ít nước, có chứa 1 ml dung dịch axit clohydric (20 %), lọc (nếu cần) và pha loãng đến thể tích 50 ml bằng nước.

R 94.2.3 Dung dịch so sánh

Lấy 2 g mẫu, thêm 1 ml phosphat SS I ($1 \text{ ml} \hat{=} 0,002 \% PO_4$) và 2,5 ml sulfat SS I ($2,5 \text{ ml} \hat{=} 0,005 \% SO_4$) và tiếp tục như mô tả đối với việc chuẩn bị dung dịch thử II (R 94.2.2), sử dụng cùng lượng thuốc thử.

R 94.3 Phép thử

R 94.3.1 Thuốc thử

Cân khoảng 0,2 g mẫu, chính xác đến 0,000 1 g, hoà tan trong 30 ml axit axetic (R 1).

TCVN 7764-3 : 2007

Cho vào dung dịch này 0,4 ml dung dịch 1-naphtholbenzein ¹⁾ [0,1 % trong axit axetic (R 1)] và chuẩn độ bằng dung dịch axit perchloric chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{HClO}_4) = 0,1 \text{ mol/l}$, trong axit axetic (R 1), đến khi dung dịch có màu xanh lá cây.

1,00 ml dung dịch axit perchloric, $c(\text{HClO}_4) = 0,100 \text{ mol/l}$, tương đương với 0,009 803 g $\text{C}_6\text{H}_5\text{Na}_3\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

R 94.3.2 pH

Xác định pH của dung dịch 5 % của mẫu theo GM 31.1, sử dụng thiết bị đo pH đã hiệu chuẩn.

R 94.3.3 Nitơ tổng

Hoà tan 2 g mẫu trong 140 ml nước và áp dụng GM 6.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 2 ml nitơ SS II ($2 \text{ ml} \hat{=} 0,001 \% \text{ N}$).

R 94.3.4 Clorua

Lấy 10 ml dung dịch thử I (R 94.2.1), pha loãng đến thể tích 20 ml bằng nước và áp dụng GM 2.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 2 ml clorua SS II ($2 \text{ ml} \hat{=} 0,001 \% \text{ Cl}$).

R 94.3.5 Phosphat

Lấy 20 ml dung dịch thử II (R 94.2.2) và áp dụng GM 4.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 20 ml dung dịch so sánh (R 94.2.3).

R 94.3.6 Sulfat

Lấy 10 ml dung dịch thử II (R 94.2.2) và áp dụng GM 3.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 10 ml dung dịch so sánh (R 94.2.3).

R 94.3.7 Các kim loại nặng

Lấy 10 ml dung dịch thử II (R 94.2.2), thêm 0,5 ml nước và áp dụng GM 7.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 10 ml dung dịch so sánh (R 94.2.3) và 0,5 ml chì SS II ($4 \text{ ml} \hat{=} 0,002 \% \text{ Pb}$).

R 91.3.8 Sắt

Lấy 12,5 ml dung dịch thử I (R 94.2.1), trung hoà với dung dịch axit clohydric (25 %) và áp dụng GM 8.1.

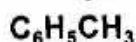
Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 2,5 ml dung dịch thử I (R 94.2.1) và 1 ml sắt SS II ($1 \text{ ml} \hat{=} 0,000 5 \% \text{ Fe}$).

¹⁾ Tên IUPAC: 4-[α (4-hydroxy-1-naphthyl)benzyliden]naphtalen-1(4H)-one

R 94.3.9 Các chất dễ bị cacbon hoá

Lấy 0,5 g mẫu bột và áp dụng GM 18, sử dụng 10 ml axit sulfuric ($95\% \pm 0,5\%$) và gia nhiệt hỗn hợp ở $110\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong 30 phút.

Màu của dung dịch thu được không được đậm hơn màu của dung dịch tiêu chuẩn G (xem GM 18).

R 95 Xylen ¹⁾

Khối lượng phân tử tương đối: 106,17

R 95.1 Yêu cầu kỹ thuật

Màu theo đơn vị Hazen, không lớn hơn	10
Khối lượng riêng ở 20 °C, g/ml	0,860 đến 0,870
Khoảng chưng cất, °C: 137 đến 142 (phải cất được ít nhất 95 % trong phạm vi 3 °C)	
Độ axit (tính bằng milimol H ⁺), không lớn hơn	0,025/100 g
Độ kiềm (tính bằng milimol OH ⁻), không lớn hơn	0,025/100 g
Cặn còn lại sau khi bay hơi, %, không lớn hơn	0,002
Các chất dễ bị cacbon hoá	đạt
Hợp chất lưu huỳnh (tính theo S), %, không lớn hơn	0,003
Thiophen và các đồng đẳng (tính theo C ₄ H ₄ S)	đạt (khoảng 0,000 1%)
Benzen (C ₆ H ₆), %, không lớn hơn	0,1
Toluen (C ₇ H ₈), %, không lớn hơn	1
Nước, %, không lớn hơn	0,03

R 95.2 Phép thử**R 95.2.1 Màu theo đơn vị Hazen**

Áp dụng GM 36.

R 95.2.2 Khối lượng riêng

Áp dụng GM 24.1.

R 95.2.3 Khoảng chưng cất

Áp dụng GM 25.1.

R 95.2.4 Độ axit hoặc độ kiềm

Lấy 60 ml metanol (R 18), thêm 0,2 dung dịch bromothymol xanh và trung hoà bằng dung dịch natri hydroxit chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{NaOH}) = 0,01 \text{ mol/l}$, hoặc dung dịch axit clohydric chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{HCl}) = 0,01 \text{ mol/l}$. Thêm 50 g (58 ml) mẫu và chuẩn độ với dung dịch natri hydroxit

¹⁾ Thông thường thuốc thử này là hỗn hợp của đồng phân xylen và etylbenzen

chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{NaOH}) = 0,01 \text{ mol/l}$, hoặc dung dịch axit clohydric chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{HCl}) = 0,01 \text{ mol/l}$, đến khi dung dịch trung hoà.

Thể tích chuẩn độ không được vượt quá 1,25 ml.

R 95.2.5 Cặn còn lại sau khi bay hơi

Lấy 50 g (58 ml) mẫu và áp dụng GM 14.

Khối lượng của cặn không được vượt quá 1 mg.

R 95.2.6 Các chất dễ bị cacbon hoá

Lắc mạnh 12,9 g (15 ml) mẫu với 5 ml axit sulfuric ($95,4 \% \pm 0,5 \%$) trong 20 phút, để yên trong 5 phút.

Màu của lớp axit không được đậm hơn màu của dung dịch tiêu chuẩn K (xem GM 18).

R 95.2.7 Hợp chất lưu huỳnh

Lấy 2 g (2,3 ml) mẫu và áp dụng GM 21.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 6 ml lưu huỳnh SS II ($6 \text{ ml} \pm 0,003 \% \text{ S}$).

R 95.2.8 Thiophen và các đồng đẳng

Cẩn thận thêm vào 5 ml mẫu để tạo thành một lớp tách biệt trên 5 ml isatin (IS 4.3.4*)²⁾ trong ống thử sạch, khô và để yên trong 1 h.

Trên bề mặt tiếp xúc giữa hai chất lỏng không xuất hiện màu xanh lá cây hoặc màu xanh da trời.

R 95.2.9 Benzen và toluen

Áp dụng GM 34, sử dụng các điều kiện sau:

Pha tĩnh	10 % hỗn hợp (50/50) didodecylphthalat với benton 34
Chất mang	Embacel [0,15 mm đến 0,25 mm (60 mesh đến 100 mesh ASTM)]
Chiều dài cột, m	6
Đường kính trong của cột, mm.....	2
Vật liệu cột	Thép không gỉ
Nhiệt độ cột, °C	100
Nhiệt độ bơm, °C	200

²⁾ Tên IUPAC: indolin-2,3-dion.

TCVN 7764-3 : 2007

Nhiệt độ detector, °C	250
Kiểu detector	Dẫn nhiệt
Khí mang	Helì
Tốc độ dòng, ml/min	20
Phần mẫu thử, µl	5

R 95.2.10 Nước

Lấy 10 g (11,6 ml) mẫu và áp dụng GM 12, sử dụng 20 ml metanol (R 18) làm dung môi.

R 96 Kẽm clorua

ZnCl₂

Khối lượng phân tử tương đối: 136,30

R 96.1 Yêu cầu kỹ thuật

Thuốc thử (ZnCl ₂), %, không nhỏ hơn	98
Oxit clorua (tính theo ZnO), %, không lớn hơn	1,2
Sulfat (SO ₄), %, không lớn hơn	0,002
Nitơ tổng (N), %, không lớn hơn	0,002
Cadimi (Cd), %, không lớn hơn	0,000 5
Canxi (Ca), %, không lớn hơn	0,001
Đồng (Cu), %, không lớn hơn	0,001
Sắt (Fe), %, không lớn hơn	0,000 5
Chì (Pb), %, không lớn hơn	0,001
Natri (Na), %, không lớn hơn	0,005

R 96.2 Chuẩn bị dung dịch thử

Hoà tan 20 g mẫu trong nước, thêm một vài giọt dung dịch axit clohydric (25 %) để làm trong dung dịch và pha loãng đến thể tích 100 ml (dung dịch phải trong và không màu).

R 96.3 Phép thử

R 96.3.1 Thuốc thử

Cân khoảng 0,3 g mẫu, chính xác đến 0,000 1 g, và hoà tan trong hỗn hợp 50 ml nước và một vài giọt dung dịch axit clohydric (25 %) để làm trong dung dịch. Thêm 3 g kali natri tartrat tetrahydrat, trung hoà bằng dung dịch amoniac (R 3) và cho dư 1 ml. Thêm 50 ml chỉ thị mordan đen 11 (4.3.8') và chuẩn độ với dung dịch EDTA chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{EDTA}) = 0,1 \text{ mol/l}$, đến khi dung dịch có màu xanh da trời.

1,00 ml dung dịch EDTA, $c(\text{EDTA}) = 0,100 \text{ mol/l}$, tương đương với 0,013 628 g ZnCl₂.

R 96.3.2 Oxit clorua

Cân khoảng 10 g mẫu, chính xác đến 0,000 1 g, hoà tan trong 100 ml nước và chuẩn độ với dung dịch axit clohydric chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{HCl}) = 1 \text{ mol/l}$, sử dụng chỉ thị metyl da cam (IS 4.3.5').

Thể tích chuẩn độ không được vượt quá 3 ml.

1,00 ml dung dịch axit clohydric, $c(\text{HCl}) = 1,000 \text{ mol/l}$ tương đương với 0,040 69 g ZnO.

R 96.3.3 Sulfat

Lấy 10 ml dung dịch thử (R 96.2) và áp dụng GM 3.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 4 ml sulfat SS II ($4 \text{ ml} \hat{=} 0,002 \% \text{ SO}_4$).

R 96.3.4 Nitơ tổng

Lấy 5 ml dung dịch thử (R 96.2), pha loãng đến 140 ml với nước và áp dụng GM 6.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 2 ml nitơ SS II ($2 \text{ ml} \hat{=} 0,002 \% \text{ N}$).

R 96.3.5 Cadimi, đồng và chì

Xác định những nguyên tố này bằng phép đo điện lượng khử anot theo GM 33, sử dụng dung dịch gồm 1 g mẫu trong 25 ml dung dịch axit clohydric (0,36 %).

Điện cực làm việc	Hg
Điện cực so sánh	Ag/AgCl, KCl bão hoà
Điện thế khởi động	- 0,75 V
Điện thế pic	Cd: - 0,55 V
	Cu: - 0,07 V
	Pb: - 0,36 V
Đánh giá	Bảng việc thêm dung dịch tiêu chuẩn

R 96.3.6 Canxi

Xác định nguyên tố này bằng AAS theo GM 29, sử dụng các điều kiện sau:

Nguyên tố	Nồng độ dung dịch	Ngọn lửa	Vạch cộng hưởng nm
Ca	Dung dịch mẫu 4 % trong dung dịch axit clohydric (2 %)	Axetylen-không khí	422,7

R 96.3.7 Sắt

Lấy 10 ml dung dịch thử (R 96.2) và áp dụng GM 8.1. Trước khi pha loãng đến thể tích 50 ml thêm 10 ml dung dịch amoniac (R 3).

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 1 ml sắt SS II ($1 \text{ ml} \hat{=} 0,000 5 \% \text{ Fe}$).

R 96.3.8 Natri

Xác định nguyên tố này bằng FES theo GM 30, sử dụng các điều kiện sau:

Nguyên tố	Nồng độ dung dịch	Ngọn lửa	Bước sóng nm
Na	Dung dịch mẫu 4 % trong dung dịch axit clohydric (2 %)	Axetylen-không khí	589,0

R 97 Kẽm sulfat heptahydrat $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

Khối lượng phân tử tương đối: 287,56

R 97.1 Yêu cầu kỹ thuật

Thuốc thử ($\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$), %, không nhỏ hơn	99,5
pH (dung dịch 5 %)	4,4 đến 6,0
Clorua (Cl), %, không lớn hơn	0,000 5
Nitơ tổng (N), %, không lớn hơn	0,001
Arsen (As), %, không lớn hơn	0,000 05
Cadimi (Cd), %, không lớn hơn	0,000 5
Canxi (Ca), %, không lớn hơn	0,001
Đồng (Cu), %, không lớn hơn	0,001
Sắt (Fe), %, không lớn hơn	0,000 5
Chì (Pb), %, không lớn hơn	0,001
Mangan (Mn), %, không lớn hơn	0,000 3
Natri (Na), %, không lớn hơn	0,005

R 97.2 Chuẩn bị dung dịch thử

Hoà tan 50 g mẫu trong nước và pha loãng đến thể tích 250 ml (dung dịch phải trong và không màu).

R 97.3 Phép thử

R 97.3.1 Thuốc thử

Cân khoảng 0,7 g mẫu, chính xác đến 0,000 1 g, hoà tan trong 50 ml nước và thêm 3 g kali natri tartrat tetrahydrat. Trung hoà với dung dịch amoniac (R 3) và cho dư 1 ml. Thêm 50 ml chỉ thị mordan đen 11 (4.3.8') và chuẩn độ với dung dịch EDTA chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{EDTA}) = 0,1 \text{ mol/l}$, đến khi dung dịch có màu xanh da trời.

1,00 ml dung dịch EDTA, $c(\text{EDTA}) = 0,100 \text{ mol/l}$, tương đương với 0,028 754 g $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$.

R 96.3.2 pH

Xác định pH của dung dịch 5 % của mẫu theo GM 31.1, sử dụng thiết bị đo pH đã hiệu chuẩn.

R 96.3.3 Clorua

Lấy 25 ml dung dịch thử (R 97.2) và áp dụng GM 2.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 2,5 ml clorua SS II ($2,5 \text{ ml} \hat{=} 0,000 5 \text{ \% Cl}$).

R 97.3.4 Nitơ tổng

Lấy 10 ml dung dịch thử (R 97.2), pha loãng đến thể tích 140 ml bằng nước và áp dụng GM 6.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 2 ml nitrơ SS II ($2 \text{ ml} \approx 0,001 \% \text{ N}$).

R 97.3.5 Arsen

Lấy 50 ml dung dịch thử (R 97.2) và áp dụng GM 11.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 5 ml arsen SS III (5 ml $\hat{=}$ 0,000 05 % As).

R 97.3.6 Cadimi, đồng và chì

Xác định những nguyên tố này bằng phép đo von-ampe hoà tan anot theo GM 33, sử dụng dung dịch gồm 1 g mẫu trong 25 ml dung dịch axit clohydric (0,36 %).

Điện cực làm việc	Hg
Điện cực so sánh	Ag/AgCl, KCl bão hoà
Điện thế khởi động	- 0,75 V
Điện thế pic	Cd: - 0,55 V
	Cu: - 0,07 V
	Pb: - 0,36 V
Đánh giá	Bằng việc thêm dung dịch tiêu chuẩn

R 97.3.7 Canxi và mangan

Xác định những nguyên tố này bằng AAS theo GM 29, sử dụng các điều kiện sau:

Nguyên tố	Nồng độ dung dịch	Ngọn lửa	Vạch cộng hưởng nm
Ca	4 %	Axetylen-không khí	422,7
Mn			279,5

R 97.3.7 Sắt

Lấy 20 ml dung dịch thử (R 97.2) và áp dụng GM 8.1. Trước khi pha loãng đến thể tích 50 ml thêm 10 ml dung dịch amoniac (R 3).

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 2 ml sắt SS II ($2\text{ ml} \approx 0,0005\% \text{ Fe}$).

R 97.3.8 Natri

Xác định nguyên tố này bằng FES theo GM 30, sử dụng các điều kiện sau:

Nguyên tố	Nồng độ dung dịch	Nguồn lửa	Bước sóng nm
Na	4 %	Axetylen-không khí	589,0