

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 7764 -2 : 2007

ISO 6353-2 : 1983

WITH ADDENDUM 2 : 1986

Xuất bản lần 1

**THUỐC THỬ DÙNG TRONG PHÂN TÍCH HOÁ HỌC –  
PHẦN 2: YÊU CẦU KỸ THUẬT – SERI THỨ NHẤT**

*Reagents for chemical analysis –  
Part 2: Specifications – First series*

## 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 .....	7
	R 1 Axit axetic .....	8
	R 2 Axeton .....	10
	R 3 Dung dịch amoniac .....	12
	R 4 Amoni axetat .....	15
	R 5 Amoni clorua .....	17
	R 6 Bari clorua dihydrat .....	19
	R 7 Clorofom .....	21
	R 8 Axit xitric monohidrat .....	23
	R 9 Đồng(II) sulfat pentahidrat .....	26
	R 10 Xyclohexan .....	28
	R 11 Etanol .....	30
	R 12 (Etylendinitril)tetraaxetic axit, muối dinatri dihydrat .....	33
	R 13 Axit clohydric .....	35
	R 14 Hydro peroxit .....	38
	R 15 Hydroxylamoni clorua .....	41
	R 16 Magie clorua hexahidrat .....	43
	R 17 Magie oxit .....	45
	R 18 Metanol .....	49
	R 19 Axit nitric .....	51
	R 20 Axit oxalic dihydrat .....	53
	R 21 Axit perchloric .....	55
	R 22 Axit phosphoric .....	58
	R 23 Kali dicromat .....	60
	R 24 Kali hydroxit .....	62
	R 25 Kali iodua .....	65
	R 26 Kali permanganat .....	68
	R 27 Kali natri tartrat tetrahydrat .....	70

TCVN 7764-2 : 2007

R 28	Bạc nitrat .....	72
R 29	Natri axetat trihydrat .....	74
R 30	Natri cacbonat khan .....	77
PS30	Natri cacbonat, tiêu chuẩn cơ bản .....	80
R 31	Natri cacbonat decahydrat .....	82
R 32	Natri clorua .....	85
R 33	Dinatri hydrophosphat dodecahydrat .....	88
R 34	Natri hydroxit .....	90
R 35	Natri sulfat, khan .....	93
R 36	Natri thiosulfat pentahydrat .....	95
R 37	Axit sulfuric .....	97
R 38	Kẽm(II) clorua dihydrat .....	100
R 39	Toluen .....	102
R 40	Kẽm .....	104

## Lời nói đầu

TCVN 7764 -2 : 2007 thay thế các TCVN 2222-77, 2297-78, 2298-78, 2611-78, 2718-78, 2841-79, 3289-80, 3290-80, 3768-82.

TCVN 7764 -2 : 2007 hoàn toàn tương đương ISO 6353-2 : 1983 và Bản bổ sung 2 : 1986.

TCVN 7764 -2 : 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 2: Yêu cầu kỹ thuật – Seri thứ nhất

*Reagents for chemical analysis –  
Part 2: Specifications – First series*

### 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định các yêu cầu kỹ thuật và chỉ ra các phương pháp thử sử dụng để kiểm tra sự phù hợp với yêu cầu kỹ thuật đối với các thuốc thử của seri thứ nhất được sử dụng trong hoá học phân tích.

Tiêu chuẩn này được sử dụng cùng với TCVN 7764-1 (ISO 6353-1), 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 (ISO 6353-1).

- 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 (ISO 6353-1).

### 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 ban hành thì áp dụng bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm ban hành 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 nhất

Quy định chung – 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.

## R 1 Axit axetic CH<sub>3</sub>COOH

Khối lượng phân tử tương đối: 60,05

### R 1.1 Yêu cầu kỹ thuật

Thuốc thử (CH <sub>3</sub> COOH), %, không nhỏ hơn .....	99,7
Khối lượng riêng, g/ml .....	1,05
Clorua (Cl), %, không lớn hơn .....	0,000 1
Sulfat (SO <sub>4</sub> ), %, không lớn hơn .....	0,000 2
Đồng (Cu), %, không lớn hơn .....	0,000 05
Sắt (Fe), %, không lớn hơn .....	0,000 1
Chì (Pb), %, không lớn hơn .....	0,000 05
Các chất khử dicromat (tính theo O), %, không lớn hơn .....	0,008
Cặn còn lại sau khi bay hơi, %, không lớn hơn .....	0,003

### R 1.2 Chuẩn bị dung dịch thử

Lấy khoảng 100 g (95 ml) mẫu, thêm 1 ml dung dịch natri cacbonat (1 %) và làm bay hơi đến khô cạn trên bếp cách thủy. Hòa tan cặn trong một lít nước, thêm 1 ml axit clohydric (R 13), và pha loãng đến thể tích 50 ml bằng nước.

### R 1.3 Phép thử

#### R 1.3.1 Thuốc thử

Cân 2 g đến 3 g mẫu, chính xác đến 0,000 1 g, pha loãng bằng 50 ml nước 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 0,060 05 g CH<sub>3</sub>COOH.

#### R 1.3.2 Clorua

Pha loãng 10 g (9,5 ml) mẫu bằng nước đến thể tích 30 ml, và áp dụng GM 2.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 10 ml clorua SS III (10 ml  $\hat{=}$  0,000 1 % Cl)

#### R 1.3.3 Sulfat

Lấy 12,5 ml dung dịch thử (R 1.2) và áp dụng GM 3.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 5 ml sulfat SS II (5 ml  $\hat{=}$  0,000 2 % SO<sub>4</sub>).

**R 1.3.4 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
Cu	Dung dịch thử (R 1.2)	Axetylen-không khí	324,7
Pb	Dung dịch thử (R 1.2)		217,0 hoặc 283,3

**R 1.3.5 Sắt**

Lấy 5 ml dung dịch thử (R 1.2) và áp dụng GM 8.1.

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

**R 1.3.6 Các chất khử dicromat**

Lấy 10,00 ml dung dịch kali-dicromat 4,90 g/l vào bình nón thủy tinh có nút nhám, cẩn thận thêm tiếp 10 ml axit sulfuric (R 37), vừa thêm vừa khuấy đều và để nguội đến nhiệt độ phòng.

Thêm 10 g (9,5 ml) mẫu vào hỗn hợp trên và để yên trong 1 h ở  $50 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ . Pha loãng đến thể tích 50 ml bằng nước, để nguội đến nhiệt độ phòng, thêm 5 ml dung dịch kali iodua (10 %) và chuẩn độ bằng dung dịch natri thiosulfat chuẩn độ tiêu chuẩn,  $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,05 \text{ mol/l}$ , sử dụng chỉ thị tinh bột (IS 4.3.11').

Thực hiện song song phép thử trắng.

Tạp chất khử dicromat, biểu thị bằng phần trăm khối lượng oxy, tính theo công thức.

$$0,000 4 (V_2 - V_1) \times 10$$

trong đó

$V_1$  là thể tích của dung dịch natri thiosulfat chuẩn độ tiêu chuẩn sử dụng trong phép xác định, tính bằng ml;

$V_2$  là thể tích của dung dịch natri thiosulfat chuẩn độ tiêu chuẩn sử dụng trong phép thử trắng, tính bằng ml;

0,000 4 là khối lượng của oxy tương đương với 1,00 ml dung dịch natri thiosulfat,  $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,050 \text{ mol/l}$ , tính bằng g.

**R 1.3.7 Cặn còn lại sau khi bay hơi**

Lấy 50 g (48 ml) mẫu và áp dụng GM 14.

Khối lượng của cặn không được vượt quá 1,5 mg.

**R 2 Axeton**  
**CH<sub>3</sub>COCH<sub>3</sub>**

Khối lượng phân tử tương đối: 58,08

**R 2.1 Yêu cầu kỹ thuật**

Thuốc thử (CH <sub>3</sub> COCH <sub>3</sub> ), %, không nhỏ hơn .....	99,5
Metanol (CH <sub>3</sub> OH), %, không lớn hơn .....	0,05
Khối lượng riêng, g/ml .....	0,787 đến 0,793
Cặn còn lại sau khi bay hơi, %, không lớn hơn .....	0,001
Độ axit (tính bằng milimol H <sup>+</sup> ), không lớn hơn .....	0,05/100 g
Độ kiềm (tính bằng milimol OH <sup>-</sup> ), không lớn hơn .....	0,05/100 g
Các chất khử permanganat (tính theo O), %, không lớn hơn .....	0,000 3
Aldehyt (tính theo HCHO), %, không lớn hơn .....	0,002
Nước, %, không lớn hơn .....	0,3

**R 2.2 Phép thử****R 2.2.1 Thuốc thử và metanol**

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

Pha tĩnh .....	10 % Carbowax 400
Chất mang .....	Chromosorb G-AW-DMCS [0,125 mm đến 0,150 mm (100 mesh đến 120 mesh ASTM)]
Chiều dài cột, m .....	3
Đường kính trong của cột, mm .....	2,5
Vật liệu cột .....	Thép không gỉ hoặc tốt nhất bằng thủy tinh
Nhiệt độ cột, °C .....	60
Nhiệt độ bơm, °C .....	150
Nhiệt độ detector, °C .....	150
Kiểu detector .....	Ngon lửa ion hoá
Khí mang .....	Nitơ
Tốc độ dòng, ml/min .....	25
Phần mẫu thử, µl .....	0,5



**R 2.2.2 Khối lượng riêng**

Áp dụng GM 24.1.

**R 2.2.3 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.

**R 2.2.4 Độ axit**

Lấy 79 g (100 ml) mẫu và áp dụng GM 13.1, chuẩn độ bằng dung dịch natri hydroxit chuẩn độ tiêu chuẩn,  $c(\text{NaOH}) = 0,001 \text{ mol/l}$ , và sử dụng chỉ thị phenolphthalein (IS 4.3.9').

Thể tích chuẩn độ không được vượt quá 4 ml.

**R 2.2.5 Độ kiềm**

Lấy 79 g (100 ml) mẫu và áp dụng GM 13.1, 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 4.3.6').

Thể tích chuẩn độ không được vượt quá 4 ml.

**R 2.2.6 Các chất khử permanganat**

Lấy 40 g (50 ml) mẫu và áp dụng GM 19.1, thêm 0,15 ml dung dịch kali permanganat 3,16 g/l. Để yên dung dịch thử ở  $20,0 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,5 \text{ }^\circ\text{C}$  trong 15 phút.

Màu hồng của dung dịch thu được phải không được thay đổi hoàn toàn.

**R 2.2.7 Aldehyt**

Lấy 2 g (2,5 ml) mẫu và áp dụng GM 20.

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

**R 2.2.8 Nước**

Lấy 7,9 g (10 ml) mẫu, pha loãng đến thể tích 30 ml bằng pyridin và áp dụng GM 12.

**R 3 Dung dịch amoniac (25 %)**

Khối lượng phân tử tương đối: 17,03

**R 3.1 Yêu cầu kỹ thuật**

Thuốc thử (NH <sub>3</sub> ), %, không nhỏ hơn .....	25 <sup>1)</sup>
Carbonat (tính theo CO <sub>2</sub> ), %, không lớn hơn .....	0,002
Clorua (Cl), %, không lớn hơn .....	0,000 05
Phosphat (PO <sub>4</sub> ), %, không lớn hơn .....	0,000 2
Silicat (tính theo SiO <sub>2</sub> ), %, không lớn hơn .....	0,001
Sulfat (SO <sub>4</sub> ), %, không lớn hơn .....	0,000 2
Sulfua (S), %, không lớn hơn .....	0,000 02
Canxi (Ca), %, không lớn hơn .....	0,000 1
Đồng (Cu), %, không lớn hơn .....	0,000 01
Sắt (Fe), %, không lớn hơn .....	0,000 02
Magie (Mg), %, không lớn hơn .....	0,000 1
Chì (Pb), %, không lớn hơn .....	0,000 05
Kali (K), %, không lớn hơn .....	0,000 1
Các chất khử permanganat (tính theo O), %, không lớn hơn .....	0,008
Căn còn lại sau khi bay hơi, %, không lớn hơn .....	0,002

**R 3.2 Chuẩn bị dung dịch thử và dung dịch chỉ thị hỗn hợp****R 3.2.1 Dung dịch thử I**

Làm bay hơi 250 g (275 ml) mẫu<sup>1)</sup> đến thể tích khoảng 10 ml. Axit hoá bằng axit nitric (R 19) và pha loãng đến thể tích 100 ml bằng nước.

**R 3.2.2 Dung dịch thử II**

Hoà tan căn còn lại sau bay hơi thu được trong R 3.3.12 vào 0,5 ml axit clohydric và pha loãng đến thể tích 100 ml bằng nước.

<sup>1)</sup> Chất lượng tương tự cũng có sẵn trên thị trường với hàm lượng NH<sub>3</sub> khoảng 30 % hoặc 35 % và được phép để pha chế dung dịch thử I.

**R 3.2.3 Dung dịch chỉ thị hỗn hợp**

Trộn 1 thể tích dung dịch chỉ thị methyl đỏ [0,2 % pha trong etanol 95 % (theo thể tích)] với 1 thể tích dung dịch chỉ thị metylen xanh [0,1 % pha trong etanol 95 % (theo thể tích)].

**R 3.3 Phép thử****R 3.3.1 Thuốc thử**

Cho 25,00 ml dung dịch axit sulfuric chuẩn độ tiêu chuẩn,  $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 1 \text{ mol/l}$  vào bình nón dung tích 100 ml có nút thủy tinh nhậm và cân chính xác đến 0,000 1 g.

Cho khoảng 1,2 g mẫu và cân lại chính xác đến 0,000 1 g. Thêm 2 giọt dung dịch chỉ thị hỗn hợp (R 3.2.3) và chuẩn độ lượng dư axit bằng dung dịch natri hydroxit chuẩn độ tiêu chuẩn  $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/l}$

1,00 ml dung dịch axit sulfuric,  $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 1,000 \text{ mol/l}$ , tương đương với 0,017 03 g  $\text{NH}_3$ .

**R 3.3.2 pH**

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

**R 3.3.3 Clorua**

Lấy 20 ml dung dịch thử (R 4.2) 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 III (1 ml  $\cong$  0,000 5 % Cl).

**R 3.3.4 Phosphat**

Lấy 20 ml dung dịch thử I (R 3.2.1) và áp dụng GM 4.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 10 ml phosphat SS II (10 ml  $\cong$  0,000 2 %  $\text{PO}_4$ ).

**R 3.3.5 Silicat**

Trung hoà 20 g (22 ml) mẫu bằng axit clohydric (R 13), pha loãng đến thể tích khoảng 50 ml và áp dụng GM 5.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 20 ml silicat SS II (20 ml  $\cong$  0,001 %  $\text{SiO}_2$ ).

**R 3.3.6 Sulfat**

Lấy 10 ml dung dịch thử I (R 3.2.1) và áp dụng GM 3.

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

**R 3.3.7 Sulfua**

Lấy 50 g (55 ml) mẫu, thêm 0,5 ml chì axetat (bazơ) (RS 4.2.10<sup>\*</sup>).

Màu nâu của dung dịch thử không được đậm hơn màu nâu của dung dịch đối chứng tiêu chuẩn đã chuẩn bị tương tự bằng cách sử dụng 1 ml sulfua vừa mới điều chế SS II (1 ml  $\equiv$  0,000 02 % S).

**R 3.3.8 Canxi, đồng, magie 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 II (R 3.2.2)	Axetylen-không khí	422,7
Cu			324,7
Mg			285,2
Pb			217,0 hoặc 283,3

**R 3.3.9 Sắt**

Làm bay hơi 50 g (55 ml) mẫu đến khô cạn trên bếp cách thủy. Thêm 0,5 ml axit clohydric (R 13) và phần cạn và áp dụng GM 8.2.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 10 ml sắt SS III (10 ml  $\equiv$  0,000 02 % Fe).

**R 3.3.10 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	Dung dịch thử II (R 3.2.2)	Oxy-axetylen	766,5
Na			589,0

**R 3.3.11 Các chất khử permanganat**

Lấy 20 g (22 ml) mẫu, thêm 20 ml nước, khuấy và axit hoá cẩn thận bằng 20 ml dung dịch axit sulfuric (50 %). Thêm 0,2 ml dung dịch kali permanganat 3,16 g/l và đun sôi trong 5 phút.

Màu hồng của dung dịch thu được phải không được thay đổi hoàn toàn.

**R 3.3.12 Cặn còn lại sau khi bay hơi**

Lấy 100 g (110 ml) mẫu và áp dụng GM 14.

Khối lượng của cặn không được vượt quá 2 mg.

Giữ lại cặn này để chuẩn bị dung dịch II (R 3.2.2).

## R 4 Amoni axetat

### CH<sub>3</sub>COONH<sub>4</sub>

Khối lượng phân tử tương đối: 77,08

#### R 4.1 Yêu cầu kỹ thuật

Thuốc thử (CH <sub>3</sub> COONH <sub>4</sub> ), %, không nhỏ hơn .....	99
pH (dung dịch 5 %) .....	6,5 đến 7,5
Clorua (Cl), %, không lớn hơn .....	0,000 5
Nitrat (NO <sub>3</sub> ), %, không lớn hơn .....	0,001
Sulfat (SO <sub>4</sub> ), %, 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 4.2 Chuẩn bị dung dịch thử

Hoà tan 40 g mẫu trong 100 ml nước (dung dịch phải trong và không màu) và pha loãng đến thể tích 200 ml.

#### R 4.3 Phép thử

##### R 4.3.1 Thuốc thử

Cân khoảng 1,5 g mẫu, chính xác đến 0,000 1 g và hoà tan trong khoảng 20 ml nước.

Cho vào dung dịch này hỗn hợp gồm 25 ml formaldehyt (35 %) và 25 ml nước, sử dụng chỉ thị phenolphthalein (IS 4.3.9\*) để trung hoà. Sau 30 phút, thêm tiếp 0,2 ml chỉ thị phenolphthalein IS và 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.

1,00 ml dung dịch natri hydroxit,  $c(\text{NaOH}) = 1,000 \text{ mol/l}$ , tương đương với 0,077 08 g CH<sub>3</sub>COONH<sub>4</sub>.

##### R 4.3.2 pH

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

##### R 4.3.3 Clorua

Lấy 20 ml dung dịch thử (R 4.2) và áp dụng GM 2.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 10 ml dung dịch mẫu và 1 ml clorua SS II (1 ml  $\hat{=}$  0,000 5 % Cl).

**R 4.3.4 Nitrat**

Lấy 5 ml dung dịch thử (R 4.2) và thêm 0,2 ml dung dịch bruxin [0,5 % pha trong axit axetic (R 1)], thêm tiếp 10 ml dung dịch axit sulfuric (R 37), chú ý thao tác cẩn thận và vừa thêm vừa khuấy đều hỗn hợp.

Màu vàng của dung dịch thử không được đậm hơn màu của dung dịch đối chứng tiêu chuẩn chuẩn bị tương tự sử dụng 1 ml nitrat SS II (1 ml  $\hat{=}$  0,001 %  $\text{NO}_3$ ).

**R 4.3.5 Sulfat**

Lấy 10 ml dung dịch thử (R 4.2) và áp dụng GM 3.

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

**R 4.3.6 Đồng và chì**

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
Cu	Dung dịch thử (R 4.2), Sử dụng dung môi chiết trong GM 35	Axetylen-không khí	324,7
Pb			217,0 hoặc 283,3

**R 4.3.7 Sắt**

Lấy 20 ml dung dịch thử (R 4.2) và áp dụng GM 8.1.

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

**R 4.3.8 Tro sulfat**

Lấy 10 g mẫu và áp dụng GM 16.

Khối lượng của cặn không được vượt quá 1 mg.

## R 5 Amoni clorua NH<sub>4</sub>Cl

Khối lượng phân tử tương đối: 53,49

### R 5.1 Yêu cầu kỹ thuật

Thuốc thử (NH <sub>4</sub> Cl), %, không nhỏ hơn .....	99,5
pH (dung dịch 5 %) .....	4,5 đến 5,5
Phosphat (PO <sub>4</sub> ), %, không lớn hơn .....	0,000 5
Sulfat (SO <sub>4</sub> ), %, không lớn hơn .....	0,002
Canxi (Ca), %, không lớn hơn .....	0,001
Sắt (Fe), %, không lớn hơn .....	0,000 5
Magie (Mg), %, không lớn hơn .....	0,001
Kali (K), %, không lớn hơn .....	0,005
Natri (Na), %, không lớn hơn .....	0,005
Cặn còn lại sau khi nung (ở 650 °C), %, không lớn hơn .....	0,05

### R 5.2 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 5.3 Phép thử

#### R 5.3.1 Thuốc thử

Cần khoảng 1 g mẫu, chính xác đến 0,000 1 g và hoà tan trong khoảng 20 ml nước.

Cho vào dung dịch này hỗn hợp gồm 25 ml formaldehyt (35 %) và 25 ml nước, sử dụng chỉ thị phenolphthalein (IS 4.3.9') để trung hoà. Sau 30 phút, thêm tiếp 0,2 ml chỉ thị phenolphthalein IS và 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.

1,00 ml dung dịch natri hydroxit,  $c(\text{NaOH}) = 1,000 \text{ mol/l}$ , tương đương với 0,053 49 g NH<sub>4</sub>Cl.

#### R 5.3.2 pH

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

**R 5.3.3 Phosphat**

Lấy 50 ml dung dịch thử (R 5.2), cho 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 ml  $\hat{=}$  0,000 5 % PO<sub>4</sub>).

**R 5.3.4 Sulfat**

Lấy 20 ml dung dịch thử (R 5.2) và áp dụng GM 3.

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

**R 5.3.5 Canxi 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	4 %	Axetylen-không khí	422,7
Mg			285,2

**R 5.3.6 Sắt**

Lấy 20 ml dung dịch thử (R 5.2) và áp dụng GM 8.1.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 0,4 ml sắt SS II (0,4 ml  $\hat{=}$  0,000 2 % Fe).

**R 5.3.7 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	4 %	Oxy-axetylen	766,5
Na			589,0

**R 5.3.8 Cặn còn lại sau khi nung**

Lấy 2 g mẫu và áp dụng GM 15.

Khối lượng của cặn không được vượt quá 1 mg.



## R 6 Bari clorua dihydrat $BaCl_2 \cdot 2H_2O$

Khối lượng phân tử tương đối: 244,28

### R 6.1 Yêu cầu kỹ thuật

Thuốc thử ( $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ ), %, không nhỏ hơn .....	99,0
pH (dung dịch 5 %) .....	5 đến 8
Nitơ tổng (N), %, không lớn hơn .....	0,002
Canxi (Ca), %, không lớn hơn .....	0,05
Sắt (Fe), %, không lớn hơn .....	0,000 2
Chì (Pb), %, không lớn hơn .....	0,001
Kali (K), %, không lớn hơn .....	0,005
Natri (Na), %, không lớn hơn .....	0,01
Stronti (Sr), %, không lớn hơn .....	0,05

### R 6.2 Phép thử

#### R 6.2.1 Thuốc thử

Cân khoảng 0,2 g mẫu, chính xác đến 0,000 1 g và hoà tan trong khoảng 100 ml nước.

Thêm 100 ml metanol (R 18) và 10 ml dung dịch amoniac (R 3) vào dung dịch này và chuẩn độ bằng dung dịch EDTA chuẩn độ tiêu chuẩn,  $c(EDTA) = 0,1 \text{ mol/l}$ , sử dụng chỉ thị hỗn hợp metylthymol xanh (4.3.7\*).

1,00 ml dung dịch EDTA,  $c(EDTA) = 0,100 \text{ mol/l}$ , tương đương với 0,024 43 g  $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ .

#### R 6.2.2 pH

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

#### R 6.2.3 Nitơ tổng

Hoà tan 1 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 ( $2 \text{ ml} \hat{=} 0,002 \% \text{ N}$ ).

#### R 6.2.4 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	2 %	Axetylen-không khí	422,7
Fe	10 %		248,3
Pb	Sử dụng dung môi chiết trong GM 35		217,0 hoặc 283,3
Sr	2 %		460,7

#### R 6.2.5 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 %	Oxy-axetylen	766,5
Na			589,0

## R 7 Clorofom CHCl<sub>3</sub>

Khối lượng phân tử tương đối: 119,38

### R 7.1 Yêu cầu kỹ thuật

Thuốc thử (CHCl <sub>3</sub> ), %, không nhỏ hơn .....	99
Etanol (chất ổn định), % .....	0,3 đến 1,0
Khối lượng riêng, g/ml .....	1,471 đến 1,484
Cặn còn lại sau khi bay hơi, %, không lớn hơn .....	0,001
Độ axit (tính bằng milimol H <sup>+</sup> ), không lớn hơn .....	0,03/100 g
Các chất dễ bị cacbon hoá .....	đạt
Hợp chất cacbonyl (tính theo CO), %, không lớn hơn .....	0,005
Clơ tự do, %, không lớn hơn .....	0,000 5
Clorua, %, không lớn hơn .....	0,000 1
Tạp chất kim loại .....	đạt

### R 7.2 Phép thử

#### R 7.2.1 Thuốc thử và etanol

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

Pha tinh .....	20 % bis(2-etylhexyl)sebacat
Chất mang .....	Chromosorb W [0,18 mm đến 0,25 mm (60 mesh đến 80 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 .....	200
Kiểu detector .....	Dẫn nhiệt
Khí mang .....	Heli
Tốc độ dòng, ml/min .....	50
Phần mẫu thử, µl .....	5

#### R 7.2.2 Khối lượng riêng

Áp dụng GM 24.1.

## TCVN 7764-2 : 2007

### R 7.2.3 Cặn còn lại sau khi bay hơi

Lấy 100 g (68 ml) mẫu và áp dụng GM 14, sấy khô cân trong 30 phút.

Khối lượng của cặn không được vượt quá 1 mg.

### R 7.2.4 Độ axit

Lấy 74 g (50 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 2,2 ml.

### R 7.2.5 Chất dễ bị cacbon hoá

Lắc mạnh 20 ml mẫu với 15 ml axit sulfuric (95,0 %  $\pm$  0,5 %) và 0,2 ml dung dịch formaldehyt [40 % (theo thể tích)] trong bình trụ thủy tinh có nút nhám trong 3 phút. Để yên hỗn hợp ở nhiệt độ phòng trong 30 phút.

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

### R 7.2.6 Hợp chất cacbonyl

Pha loãng 3 g (2 ml) mẫu đến thể tích 15 ml bằng metanol không có cacbonyl (RS 4.2.11'). Lấy 2 ml dung dịch này và áp dụng GM 23.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 2 ml cacbonyl SS II (2 ml  $\hat{=}$  0,005 % CO).

### R 7.2.7 Clo tự do

Lắc 35 g (24 ml) mẫu với 10 ml nước đã cho thêm 1 ml dung dịch kali iodua vừa mới chuẩn bị (10 %) và 2 giọt tinh bột (IS 4.3.11') trong bình nón thủy tinh có nút nhám trong 2 phút. Nếu nhận được 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 vào.

Thể tích chuẩn độ không được vượt quá 0,5 ml.

### R 7.2.8 Clorua

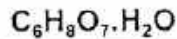
Lấy 10 g (6,8 ml) mẫu vào phễu chiết, thêm 20 ml nước và 1 ml dung dịch axit nitric (25 %). Lắc trong 1 phút, để tách pha và loại bỏ pha phía dưới (clorofom). Lọc pha nước qua giấy lọc không có clorua, thêm 1 ml dung dịch bạc nitrat khoảng 17 g/l và để yên trong 2 phút.

Màu trắng sữa của dung dịch không được đục hơn dung dịch đối chứng tiêu chuẩn chuẩn bị tương tự, sử dụng 1 ml clorua SS II (1 ml  $\hat{=}$  0,000 1 % Cl).

### R 7.2.9 Tạp chất kim loại

Lấy 50 ml mẫu, thêm 0,1 ml dung dịch 0,1 % dithizon pha trong clorofom.

Màu của dung dịch thử phải là xanh hoặc hơi xanh xanh.

**R 8 Axit xitric monohydrat**

Khối lượng phân tử tương đối: 210,14

**R 8.1 Yêu cầu kỹ thuật**

Thuốc thử ( $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ), %, không nhỏ hơn .....	99,5
Clorua (Cl), %, không lớn hơn .....	0,000 5
Oxalat ( $\text{C}_2\text{O}_4$ ), %, không lớn hơn .....	0,05
Phosphat ( $\text{PO}_4$ ), %, không lớn hơn .....	0,001
Sulfat ( $\text{SO}_4$ ), %, 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 .....	0,000 5
Các chất dễ bị cacbon hoá .....	đạt phép thử
Tro sulfat, %, không lớn hơn .....	0,02

**R 8.2 Chuẩn bị dung dịch thử và dung dịch so sánh****R 8.2.1 Dung dịch thử I**

Hoà tan 5 g mẫu trong một lượng nhỏ nước và pha loãng đến thể tích 50 ml.

**R 8.2.2 Dung dịch thử II**

Lấy khoảng 7 g mẫu, thêm 0,2 ml dung dịch amoni vanadat (1 %), và 15 ml axit nitric (R 19). Đun trong cốc có nắp đậy trên bếp cách thủy cho đến khi phản ứng ngừng; lấy nắp ra và làm bay hơi đến khô cạn.

Cho 10 ml axit nitric (R 19), đun lại và làm bay hơi. Thêm 5 ml dung dịch axit clohydric (20 %) và làm bay hơi đến khô. Hoà tan cạn trong một lượng nhỏ nước có chứa 1 ml dung dịch axit clohydric (20 %), lọc (nếu cần) và pha loãng đến thể tích 50 ml.

**R 8.2.3 Dung dịch thử III**

Hoà tan cạn thu được trong R 8.3.9 (tro sulfat) bằng 10 ml dung dịch axit clohydric (10 %) trong cốc nung hoặc đĩa đã sử dụng. Đậy nắp, đun trên bếp cách thủy trong khoảng 10 phút và pha loãng đến thể tích 50 ml.

#### R 8.2.4 Dung dịch so sánh

Lấy khoảng 2 g mẫu, thêm 5 ml phosphat SS I ( $5 \text{ ml} \hat{=} 0,001 \% \text{ PO}_4$ ) và 2,5 ml sulfat SS I ( $2,5 \text{ ml} \hat{=} 0,005 \% \text{ SO}_4$ ) và tiến hành như cách chuẩn bị dung dịch thử II, sử dụng lượng các thuốc thử như nhau.

### R 8.3 Phép thử

#### R 8.3.1 Thuốc thử

Cân khoảng 2,5 g mẫu, chính xác đến 0,000 1 g và hoà tan trong 100 ml nước.

Đối với dung dịch này, thêm 2 giọt chỉ thị phenolphthalein (IS 4.3.9\*) và 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 bền trong 3 phút.

1,00 ml dung dịch natri hydroxit,  $c(\text{NaOH}) = 1,000 \text{ mol/l}$ , tương đương với 0,070 05 g  $\text{C}_6\text{H}_6\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$ .

#### R 8.3.2 Clorua

Lấy 20 ml dung dịch thử I (R 8.2.1) và áp dụng GM 2.

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

#### R 8.3.3 Oxalat

Hoà tan 0,2 g mẫu trong 10 ml nước và áp dụng GM 22.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 10 ml oxalat SS II ( $10 \text{ ml} \hat{=} 0,05 \% \text{ C}_2\text{O}_4$ ).

#### R 8.3.4 Phosphat

Lấy 20 ml dung dịch thử II (R 8.2.2) và áp dụng GM 4.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 20 ml dung dịch so sánh (R 8.2.4) ( $20 \text{ ml} \hat{=} 0,001 \% \text{ PO}_4$ ).

#### R 8.3.5 Sulfat

Lấy 10 ml dung dịch thử II (R 8.2.2) và áp dụng GM 3.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 10 ml dung dịch so sánh (R 8.2.4) ( $4 \text{ ml} \hat{=} 0,002 \% \text{ SO}_4$ ).

#### R 8.3.6 Đồng và chi

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
Cu	Dung dịch thử III (R 8.2.3).	Axetylen-không khí	324,7
Pb			217,0 hoặc 283,3

### R 8.3.7 Sắt

Lấy 20 ml dung dịch thử I (R 8.2.1) và áp dụng GM 8.1.

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

### R 8.3.8 Các chất dễ bị cacbon hoá

Lấy 0,3 g mẫu bột và áp dụng GM 18, sử dụng 10 ml dung dịch axit sulfuric (95 %  $\pm$  0,5 %) và làm nóng hỗn hợp ở 110 °C trong 30 phút.

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

### R 8.3.9 Tro sulfat

Lấy 10 g mẫu và áp dụng GM 16.

Khối lượng của cặn không được vượt quá 2 mg.

Giữ lại cặn này để chuẩn bị dung dịch thử III (R 8.2.3).

## R 9 Đồng(II) sulfat pentahydrat CuSO<sub>4</sub>.5H<sub>2</sub>O

Khối lượng phân tử tương đối: 249,68

### R 9.1 Yêu cầu kỹ thuật

Thuốc thử (CuSO <sub>4</sub> .5H <sub>2</sub> O), %, không nhỏ hơn .....	99,0
Clorua (Cl), %, không lớn hơn .....	0,001
Nitơ tổng (N), %, không lớn hơn .....	0,003
Sắt (Fe), %, không lớn hơn .....	0,005
Niken (Ni), %, không lớn hơn .....	0,005
Kali (K), %, không lớn hơn .....	0,001
Natri (Na), %, không lớn hơn .....	0,005
Kẽm, %, không lớn hơn .....	0,05

### R 9.2 Chuẩn bị dung dịch thử

Hoà tan 10 g mẫu trong 50 ml nước và pha loãng đến thể tích 100 ml.

### R 9.3 Phép thử

#### R 9.3.1 Thuốc thử

Cân khoảng 1 g mẫu, chính xác đến 0,000 1 g và hoà tan trong khoảng 60 ml nước.

Cho vào dung dịch này 5 ml dung dịch axit sulfuric (20 %) và 3 g kali iodua (R 25). Chuẩn độ lot 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\*) 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 0,024 97 g CuSO<sub>4</sub>.5H<sub>2</sub>O.

#### R 9.3.2 Clorua

Lấy 10 ml dung dịch thử (R 9.2), 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 ml  $\hat{=}$  0,001 % Cl).

#### R 9.3.3 Nitơ tổng

Lấy 10 ml dung dịch thử (R 9.2), áp dụng GM 6.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 3 ml nitơ SS II (3 ml  $\hat{=}$  0,003 % N).



**R 9.3.4 Sắt**

Lấy 10 ml dung dịch thử (R 9.2), thêm 5 ml axit clohydric (R 13) và 1 giọt axit nitric (R 19). Chiết với 20 ml 4-metyl-2-pentanon và rửa pha hữu cơ bằng 10 ml dung dịch axit clohydric (25 %).

Chiết sắt từ pha hữu cơ bằng 20 ml nước. Tách pha nước và áp dụng GM 8.1.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 5 ml sắt SS II (5 ml  $\approx$  0,005 % Fe).

**R 9.3.5 Niken 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
Ni	1 %	Axetylen-không khí	232,0 hoặc 325,5
Zn			213,9

**R 9.3.6 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	Dung dịch thử (R 9.2)	Oxy-axetylen	766,5
Na			589,0

## R 10 Cyclohexan $C_6H_{12}$

Khối lượng phân tử tương đối: 84,16

### R 10.1 Yêu cầu kỹ thuật

Thuốc thử ( $C_6H_{12}$ ), %, không nhỏ hơn .....	99,5
Xyclohexen ( $C_6H_{10}$ ), %, không lớn hơn .....	0,05
Benzen ( $C_6H_6$ ), %, không lớn hơn .....	0,05
Khối lượng riêng, g/ml .....	0,778 đến 0,779
Điểm đóng băng, °C, không nhỏ hơn .....	6,0
Cặn còn lại sau khi bay hơi, %, không lớn hơn .....	0,002
Các chất dễ bị cacbon hoá .....	đạt
Nước, %, không lớn hơn .....	0,01

### R 10.2 Phép thử

#### R 10.2.1 Thuốc thử, xyclohexen và benzen

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

Pha tinh .....	5 % benton + 5 % isodecyl phtalat
Chất mang .....	Chromosorb W [0,18 mm đến 0,25 mm (60 mesh đến 80 mesh ASTM)]
Chiều dài cột, m .....	4
Đường kính trong của cột, mm .....	4
Vật liệu cột .....	Thép không gỉ
Nhiệt độ cột, °C .....	80
Nhiệt độ bơm, °C .....	150
Nhiệt độ detector, °C .....	200
Kiểu detector .....	Dẫn nhiệt
Khí mang .....	Heli
Tốc độ dòng, ml/min .....	50
Phần mẫu thử, µl .....	5

#### R 10.2.2 Khối lượng riêng

Áp dụng GM 24.1.

**R 10.2.3 Điểm đông băng**

Áp dụng GM 25.3.

**R 10.2.4 Cặn còn lại sau khi bay hơi**

Lấy 100 g (130 ml) mẫu và áp dụng GM 14, sấy khô cặn trong 30 phút.

Khối lượng của cặn không được vượt quá 2 mg.

**R 10.2.5 Chất dễ bị cacbon hoá**

Lấy 10 ml mẫu, áp dụng GM 18, sử dụng 10 ml axit sulfuric (95,0 % ± 0,5 %), trong khi làm nguội đến 10 °C, và để yên trong 5 phút.

Không xảy ra sự hoá đen pha hữu cơ phía dưới.

**R 10.2.6 Nước**

Lấy 15,5 g (20 ml) mẫu và áp dụng GM 12, sử dụng hỗn hợp gồm 20 ml metanol (R 18), 10 ml clorofom (R 7) và 2 ml axit axetic (R 2) làm dung môi.

## R 11 Etanol

### C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH

Khối lượng phân tử tương đối: 46,07

#### R 11.1 Yêu cầu kỹ thuật

Thuốc thử (C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OH), %, không nhỏ hơn .....	99,8
Metanol (CH <sub>3</sub> OH), %, không lớn hơn .....	0,05
2-Propanol, %, không lớn hơn .....	0,01
Khối lượng riêng, g/ml .....	0,789 đến 0,791
Cặn còn lại sau khi bay hơi, %, không lớn hơn .....	0,001
Độ axit (tính bằng milimol H <sup>+</sup> ), không lớn hơn .....	0,035/100 g
Độ kiềm (tính bằng milimol OH <sup>-</sup> ), không lớn hơn .....	0,02/100 g
Các chất khử permanganat (tính theo O), %, không lớn hơn .....	0,000 4
Các chất dễ bị cacbon hoá .....	đạt
Rượu bậc cao hơn, %, không lớn hơn .....	0,01
Hợp chất cacbonyl (tính theo CO), %, không lớn hơn .....	0,003
Nước, %, không lớn hơn .....	0,2

#### R 11.2 Phép thử

##### R 11.2.1 Thuốc thử, metanol và 2-propanol

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 .....	2,5
Vật liệu cột .....	Thép không gỉ hoặc, tốt nhất, thủy tinh
Nhiệt độ cột, °C .....	130
Nhiệt độ bơm, °C .....	150
Nhiệt độ detector, °C .....	150
Kiểu detecto .....	Ngọn lửa ion hoá
Khí mang .....	Nitơ (hoặc heli)
Tốc độ dòng, ml/min .....	25 <sup>1)</sup>
Phần mẫu thử, µl .....	0,5

<sup>1)</sup> Tốc độ dòng cao hơn thích hợp hơn đối với một số thiết bị.

**R 11.2.2 Khối lượng riêng**

Áp dụng GM 24.1.

**R 11.2.3 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.

**R 11.2.4 Độ axit**

Lấy 79 g (100 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 2,8 ml.

**R 11.2.5 Độ kiềm**

Lấy 79 g (100 ml) mẫu và áp dụng GM 13.1, 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 4.3.6').

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

**R 11.2.6 Các chất khử permanganat**

Lấy 20 g (25 ml) mẫu và áp dụng GM 19.1, sử dụng 0,1 ml dung dịch kali permanganat (3,16 g/l) và để yên dung dịch thử ở 25 °C trong 5 phút.

Màu hồng của dung dịch thu được phải không được thay đổi hoàn toàn.

**R 11.2.7 Các chất dễ bị cacbon hoá**

Làm lạnh 10 ml axit sulfuric (95,4 % ± 0,5 %) đến 10 °C và thêm 10 ml mẫu, vừa thêm từ từ từng giọt vừa khuấy với tốc độ không đổi, liên tục giữ nhiệt độ của hỗn hợp dưới 20 °C.

Dung dịch thu được phải không có màu.

**R 11.2.8 Rượu bậc cao**

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

Pha tinh .....	8 % Reoplex 400 Chromosorb G-AW-DMCS [0,125 mm đến 0,150 mm (80 mesh đến 120 mesh ASTM)]
Chiều dài cột, m .....	3
Đường kính trong của cột, mm.....	2,5
Vật liệu cột .....	Thép không gỉ

## TCVN 7764-2 : 2007

Nhiệt độ cột, °C .....	80 đến 200
Chương trình nhiệt độ, °C/min .....	2
Nhiệt độ bơm, °C .....	250
Nhiệt độ detector, °C .....	250
Kiểu detector .....	Ngon lửa ion hoá
Khí mang .....	Nitơ
Tốc độ dòng, ml/min .....	25
Phân mẫu thử, µl .....	1

### R 11.2.9 Hợp chất cacbonyl

Lấy 2 g (2,5 ml) mẫu và áp dụng GM 23.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 6 ml cacbonyl SS II (6 ml  $\hat{=}$  0,003 % CO).

### R 11.2.10 Nước

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

**R 12 (Etylendinitril) axit tetraaxetic, muối dinatri dihydrat**  
 $C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$

Khối lượng phân tử tương đối: 372,24

**R 12.1 Yêu cầu kỹ thuật**

pH (dung dịch 5 %) .....	4 đến 5
Thuốc thử ( $C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$ ), %, không nhỏ hơn .....	99
Clorua (Cl), %, không lớn hơn .....	0,004
Axit nitrilotriaxetic ( $C_6H_9NO_6$ ), %, không lớn hơn .....	0,05
Sulfat ( $SO_4$ ), %, không lớn hơn .....	0,02
Đồng (Cu), %, không lớn hơn .....	0,000 5
Sắt (Fe), %, không lớn hơn .....	0,001
Chì (Pb), %, không lớn hơn .....	0,001

**R 12.2 Phép thử**

**R 12.2.1 pH**

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

**R 12.2.2 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 10 ml dung dịch đệm dưới đây và chuẩn độ bằng dung dịch kẽm clorua chuẩn độ tiêu chuẩn,  $c(1/2 ZnCl_2) = 0,2 \text{ mol/l}$ , kết thúc chuẩn độ dung dịch có màu hồng, sử dụng chỉ thị hỗn hợp modan đen 11 (4.3.8 ).

1,00 ml dung dịch kẽm clorua,  $c(1/2 ZnCl_2) = 0,200 \text{ mol/l}$ , tương đương với 0,037 22 g  $C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$ .

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

**R 12.3.2 Clorua**

Hoà tan 2,5 g mẫu trong 40 ml nước ấm, thêm 3 ml dung dịch axit nitric (25 %), để nguội, lọc và áp dụng GM 2.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 10 ml clorua SS II (10 ml  $\pm$  0,004 % Cl).

## TCVN 7764-2 : 2007

### R 12.3.3 Axit nitrilotriaxetic

Hoà tan 2 g mẫu trong 35 ml nước và điều chỉnh đến pH 2 bằng dung dịch axit clohydric (20 %). Đun sôi trong 30 phút và để nguội. Thêm dung dịch natri hydroxit (20 %) cho đến khi dung dịch có pH nằm trong khoảng 10 đến 11.

Cho dung dịch cadimi clorua (5 %), từ từ từng giọt, giữ pH nằm trong khoảng 10 đến 11, cho đến khi tạo thành kết tủa trắng nhẹ. Lọc, rửa kết tủa, gộp phần dung dịch lọc và phần nước rửa, pha loãng đến thể tích 100 ml. Lấy 50 ml, thêm 0,5 mg axil nitrilotriaxetic và phân tích cực phổ quét theo GM 32 dựa vào 50 ml kia, bắt đầu với  $E = -0,6$  V.

Chiều cao pic của dung dịch mẫu không thêm axit nitrilotriaxetic phải không được lớn hơn một nửa chiều cao pic của dung dịch có thêm vào axit nitrilotriaxetic.

### R 12.2.5 Sulfat

Lấy 0,5 g mẫu, trộn với 0,2 g natri cacbonat khan (R 30), và nung nóng trong cốc platin. Hoà tan cạn trong 1 ml dung dịch axit clohydric (20 %) và 19 ml nước và áp dụng GM 3.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 10 ml sulfat SS II (10 ml  $\hat{=}$  0,02 %  $SO_4$ ).

### R 12.2.6 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	10 %	Axetylen-không khí	324,7
Fe			248,3
Pb			217,0 hoặc 283,3



## R 13 Axit clohydric HCl

Khối lượng phân tử tương đối: 36,46

### R 13.1 Yêu cầu kỹ thuật

Màu theo đơn vị Hazen, không lớn hơn .....	10
Thuốc thử (HCl), %, không nhỏ hơn .....	35 <sup>1)</sup>
Clo tự do (Cl), %, không lớn hơn .....	0,000 2
Sulfat (SO <sub>4</sub> ), %, không lớn hơn .....	0,000 2
Sulfua (SO <sub>3</sub> ), %, không lớn hơn .....	0,000 2
Amoni (NH <sub>4</sub> ), %, không lớn hơn .....	0,000 3
Arsen (As), %, không lớn hơn .....	0,000 005
Đồng (Cu), %, không lớn hơn .....	0,000 01
Sắt (Fe), %, không lớn hơn .....	0,000 05
Tro sulfat, %, không lớn hơn .....	0,000 5

### R 13.2 Chuẩn bị dung dịch thử

Làm bay hơi 200 g (168 ml) mẫu trong thiết bị cất quay chân không đến thể tích khoảng 1 ml. Chuyển toàn bộ lượng mẫu còn lại vào bình định mức dung tích 50 ml, pha loãng đến vạch mức và lắc đều.

### R 13.3 Phép thử

#### R 13.3.1 Màu theo đơn vị Hazen

Áp dụng GM 36.

#### R 13.3.2 Thuốc thử

Cân, chính xác đến 0,000 1 g, ampun thủy tinh mỏng có dung tích thích hợp, có gắn ống mao quản ở một đầu.

Cho khoảng 2 ml mẫu vào ampun, ví dụ sử dụng kỹ thuật gia nhiệt để gắn kín ampun và không bị mất thủy tinh. Cân chính xác đến 0,000 1 g.

<sup>1)</sup> HCl có sẵn trên thị trường ở nồng độ khác cũng phù hợp với yêu cầu kỹ thuật trên.

## TCVN 7764-2 : 2007

Tính sự chênh lệch khối lượng của phần mẫu thử. Cho ampun vào bình nón dung tích 500 ml có chứa sẵn 200 ml nước, đậy bình bằng nút nhám. Lắc bình để làm vỡ ampun và tiếp tục lắc cho đến khi tất cả hơi được hấp thu hoàn toàn. Sau đó mở bình, rửa nút và thành bình cẩn thận với nước và nghiêng kỹ mảnh ampun bị vỡ bằng đũa thủy tinh. Chuẩn độ dung dịch bằng dung dịch natri hydroxit chuẩn độ tiêu chuẩn,  $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/l}$ , sử dụng metyl đỏ (IS 4.3.6<sup>2)</sup>).

1,00 ml dung dịch natri hydroxit,  $c(\text{NaOH}) = 1,000 \text{ mol/l}$ , tương đương với 0,036 46 g HCl.

### R 13.3.3 Clo tự do

Cho thêm 25 ml nước và 1 ml dung dịch o-tolidin (0,1 % trong axit clohydric 3 %) vào 10 g (8,4 ml) mẫu.

Màu vàng của dung dịch thu được không được đậm hơn màu vàng của dung dịch đối chứng tiêu chuẩn được chuẩn bị tương tự, sử dụng 2 ml clo SS II (2 ml  $\hat{=}$  0,000 2 % Cl) và 10 g axit clohydric không có clo.<sup>2)</sup>

### R 13.3.4 Sulfat

Lấy 10 g dung dịch thử (R 13.2) và áp dụng GM 3.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 8 ml sulfat SS II (8 ml  $\hat{=}$  0,000 2 %  $\text{SO}_4$ ).

### R 13.3.5 Sulfua

Lấy 50 ml nước, 1 ml dung dịch kali iodua (10 %) và 5 ml mẫu vào bình nón dung tích 500 ml. Thêm 2 ml tinh bột (IS 4.3.11<sup>2)</sup>), và chuẩn độ bằng dung dịch iot chuẩn độ tiêu chuẩn,  $c(1/2 \text{I}_2) = 0,01 \text{ mol/l}$ , cho đến khi xuất hiện màu xanh lam.

Thể tích chuẩn độ không được vượt quá 0,5 ml.

### R 13.3.6 Amoni

Trung hoà 6,6 g (5,6 ml) mẫu, pha loãng với 50 ml nước, dung dịch natri hydroxit (32 %), sử dụng giấy chỉ thị và áp dụng GM 10.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 2 ml amoni SS II (2 ml  $\hat{=}$  0,000 3 %  $\text{NH}_4$ ).

### R 13.3.7 Arsen

Pha loãng 20 g (16,8 ml) mẫu đến 100 ml và áp dụng GM 11.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 1 ml arsen SS III (1 ml  $\hat{=}$  0,000 005 % As).

---

<sup>2)</sup> Axit clohydric không clo giữ nguyên không màu khi được thử theo qui trình này.

**R 13.3.8 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	Nguồn lửa	Vạch cộng hưởng nm
Cu	50 ml dung dịch thử (R 13.2) được pha loãng đến 100 ml	Axetylen-không khí	324,7
Pb			217,0 hoặc 283,3

**R 13.3.9 Sắt**

Lấy 5 ml dung dịch thử I (R 13.2), thêm 5 ml nước và áp dụng GM 8.1.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 1 ml sắt SS II (1 ml  $\equiv$  0,000 05 % Fe).

**R 13.3.10 Tro sulfat**

Lấy 200 g (168 ml) mẫu và áp dụng GM 17.

Khối lượng của cặn không được vượt quá 1 mg.

## R 14 Hydro peroxit

### H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>

Khối lượng phân tử tương đối: 34,01

#### R 14.1 Yêu cầu kỹ thuật

Thuốc thử (H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> ), %, không nhỏ hơn .....	30 <sup>1)</sup>
Độ axit (tính bằng milimol H <sup>+</sup> ) .....	0,3/100 g
Clorua (Cl), %, không lớn hơn .....	0,000 5
Phosphat (PO <sub>4</sub> ), %, không lớn hơn .....	0,000 5
Sulfat (SO <sub>4</sub> ), %, không lớn hơn .....	0,000 5
Nitơ tổng (N), %, không lớn hơn .....	0,002
Đồng (Cu), %, không lớn hơn .....	0,000 01
Sắt (Fe), %, không lớn hơn .....	0,000 02
Chì (Pb), %, không lớn hơn .....	0,000 02
Cặn còn lại sau khi bay hơi, %, không lớn hơn .....	0,005

#### R 14.2 Phép thử

##### R 14.2.1 Thuốc thử

Cân khoảng 0,20 g mẫu, chính xác đến 0,000 1 g, hoà với 50 ml nước và 20 ml dung dịch axit sulfuric (16 %) 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 0,001 700 7 g H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>.

##### R 14.2.2 Độ axit

Trộn 10 g (9 ml) mẫu với 90 ml nước không có cacbon dioxit và chuẩn độ với dung dịch natri hydroxit chuẩn độ tiêu chuẩn,  $c(\text{NaOH}) = 0,01 \text{ mol/l}$ , sử dụng chỉ thị metyl đỏ (IS 4.3.6<sup>1)</sup>).

Thể tích chuẩn độ không được vượt quá 3 ml.

##### R 14.2.3 Clorua

Lấy 2 g (1,8 ml) mẫu, thêm 30 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).

<sup>1)</sup> Có thể sử dụng chất ổn định thích hợp.

**R 14.2.4 Phosphat**

Làm bay hơi 10 g (9 ml) mẫu đến gần cạn trong cốc platin và áp dụng GM 4.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 5 ml phosphat SS II (5 ml  $\approx$  0,000 5 %  $PO_4$ ).

**R 14.2.5 Sulfat**

Lấy 10 g (9 ml) mẫu, thêm 15 ml nước và áp dụng GM 3.

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

**R 14.2.6 Nitơ tổng**

Lấy 2,5 g (2,25 ml) mẫu vào đĩa platin, thêm 10 ml nước và 1 ml axit sulfuric (R 37), và làm bay hơi đến khoảng 5 ml trên bếp cách thủy. Cho thêm 120 ml nước và áp dụng GM 6.

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

**R 14.2.7 Đồng và chì**

Xác định những nguyên tố này bằng phép đo von-ampe hoà tan anot theo GM 33, sử dụng các điều kiện sau:

Chuẩn bị mẫu:

Lấy 100 g (90 ml) mẫu vào đĩa PTEE (hoặc thạch anh), thêm 0,5 ml dung dịch axit clohydric (30 %, độ tinh khiết cao) và làm bay hơi đến khô cạn. Hoà tan cạn trong 1 ml axit clohydric trên, và lại làm bay hơi đến khô. Hoà tan cạn trong 0,5 ml dung dịch axit clohydric (15 %, độ tinh khiết cao), và thêm 25 ml dung dịch pyridin (1 %) (dung dịch điện phân hỗ trợ).

Điện cực làm việc .....	Hg
Điện cực so sánh .....	Ag/AgCl, KCl bão hoà
Điện thế khởi động .....	- 0,75 V
Điện thế pic .....	Cu: - 0,05 V Pb: - 0,31 V
Đánh giá .....	Bảng biểu đồ hiệu chuẩn

**R 14.2.8 Sắt**

Xác định nguyên tố này bằng phân tích cực phổ quét theo GM 32, sử dụng các điều kiện sau:

Chuẩn bị mẫu:

Hoà tan cạn (được chuẩn bị tương tự như mô tả trong R 14.2.7) từ 100 g (90 ml) mẫu trong 5 ml dung dịch axit clohydric,  $c(HCl) = 1 \text{ mol/l}$ , và cho thêm một viên natri hydroxit (R 34), 0,5 g amoni tartrat và 1 ml dung dịch amoniac (10 %) (dung dịch điện phân hỗ trợ).

TCVN 7764-2 : 2007

Điện cực làm việc ..... Hg  
Điện thế pic ..... - 1,45 V  
Đánh giá ..... Bảng biểu đồ hiệu chuẩn

**R 14.2.9 Cặn còn lại sau khi bay hơi**

Phân hủy 100 g (90 ml) mẫu trong đĩa platin, giữ chất lỏng lạnh. Làm bay hơi đến khô cặn và làm khô đến khối lượng không đổi ở  $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

Khối lượng của cặn không được vượt quá 5 mg.

## R 15 Hydroxylamoni clorua HONH<sub>3</sub>Cl

Khối lượng phân tử tương đối: 69,49

### R 15.1 Yêu cầu kỹ thuật

Thuốc thử (HONH <sub>3</sub> Cl), %, không nhỏ hơn .....	98
pH (dung dịch 5 %) .....	2,5 đến 4,0.
Sulfat (SO <sub>4</sub> ), %, không lớn hơn .....	0,002
Amoni (NH <sub>4</sub> ), %, không lớn hơn .....	0,1
Đồng (Cu), %, không lớn hơn .....	0,001
Sắt (Fe), %, không lớn hơn .....	0,000 5
Chì (Pb), %, không lớn hơn .....	0,001
Cặn còn lại sau khi nung (ở 600 °C), %, không lớn hơn .....	0,01

### R 15.2 Chuẩn bị dung dịch thử

Hoà tan 20 g mẫu, điều chỉnh bằng dung dịch amoni (R 3) đến pH 5, và pha loãng đến thể tích 200 ml (dung dịch phải trong và không màu).

### R 15.3 Phép thử

#### R 15.3.1 Thuốc thử

Cân khoảng 1 g mẫu, chính xác đến 0,000 1 g, hoà tan trong khoảng 100 ml nước. Chuyển toàn bộ dung dịch vào bình định mức dung tích 200 ml, pha loãng đến vạch và lắc đều.

Lấy 20,00 ml dung dịch này, thêm hỗn hợp gồm 20 ml dung dịch amoni sắt(III) sulfat [25 % NH<sub>4</sub>Fe(SO<sub>4</sub>).12H<sub>2</sub>O] và 6 ml dung dịch axit sulfuric (25 %), đun đến sôi. Sau 5 phút, pha loãng đến 250 ml bằng nước vừa mới đun sôi và để nguội. Đun nóng đến 60 °C, sau khi cho 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 0,003 475 g HONH<sub>3</sub>Cl.

#### R 15.3.2 pH

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

## TCVN 7764-2 : 2007

### R 15.3.3 Sulfat

Lấy 20 ml dung dịch thử (R 15.2) và áp dụng GM 3.

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

### R 15.3.4 Amoni

Hoà tan 1 g mẫu trong 25 ml etanol [95 % (theo thể tích)] và thêm 1 ml axit hexacloroplatinic(IV) (10 %).

Trong vòng 15 phút không có sự thay đổi xảy ra trong dung dịch.

### R 15.3.5 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	Ngon lửa	Vạch cộng hưởng nm
Cu	10 %	Axetylen-không khí	324,7
Pb			217,0 hoặc 283,3

### R 15.3.6 Sắt

Lấy 20 ml dung dịch thử (R 15.2) và áp dụng GM 8.1.

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

### R 15.3.7 Cặn còn lại sau khi nung

Tẩm ướt 10 g mẫu bằng axit sulfuric (R 37), đun nhẹ nhàng trên bếp điện cho đến khi không còn khói trắng bay ra và nung ở 600 °C đến khối lượng không đổi.

Khối lượng của cặn không được vượt quá 1 mg.



**R 16 Magie clorua hexahydrat**  
**MgCl<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O**

Khối lượng phân tử tương đối: 203,31

**R 16.1 Yêu cầu kỹ thuật**

Thuốc thử (MgCl <sub>2</sub> .6H <sub>2</sub> O), %, không nhỏ hơn .....	98
pH (dung dịch 5 %) .....	5,0 đến 6,5
Phosphat (PO <sub>4</sub> ), %, không lớn hơn .....	0,000 5
Sulfat (SO <sub>4</sub> ), %, không lớn hơn .....	0,002
Nitơ tổng (N), %, không lớn hơn .....	0,002
Bari (Ba), %, không lớn hơn .....	0,005
Canxi (Ca), %, không lớn hơn .....	0,01
Đồng (Cu), %, không lớn hơn .....	0,000 5
Sắt (Fe), %, không lớn hơn .....	0,000 5
Chì (Pb), %, không lớn hơn .....	0,000 5
Kali (K), %, không lớn hơn .....	0,005
Natri (Na), %, không lớn hơn .....	0,005

**R 16.2 Chuẩn bị dung dịch thử**

Hoà tan 40 g mẫu trong khoảng 100 ml nước và pha loãng đến thể tích 200 ml (dung dịch phải trong và không màu).

**R 16.3 Phép thử****R 16.3.1 Thuốc thử**

Cân khoảng 0,80 g mẫu, chính xác đến 0,000 1 g và hoà tan trong khoảng 100 ml nước.

Cho vào dung dịch này 1 g amoni clorua (R 5), 1 ml dung dịch amoniac (R 3), 40 mg hỗn hợp modan đen 11 (IS 4.3.8') chuẩn độ bằng dung dịch EDTA chuẩn độ tiêu chuẩn, c(1/2 EDTA) = 0,2 mol/l, đến khi dung dịch có màu xanh.

1,00 ml dung dịch EDTA, c(1/2 EDTA) = 0,200 mol/l, tương đương với 0,020 33 g MgCl<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O.

**R 16.3.2 pH**

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

**R 16.3.3 Phosphat**

Lấy 50 ml dung dịch thử (R 16.2), cho thêm 30 ml nước và áp dụng GM 4.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 5 ml phosphat SS II (5 ml  $\hat{=}$  0,000 5 %  $PO_4$ ).

**R 16.3.4 Sulfat**

Lấy 20 ml dung dịch thử (R 16.2) và áp dụng GM 3.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 8 ml sulfat SS II (8 ml  $\hat{=}$  0,002 %  $SO_4$ ).

**R 16.3.5 Nitơ tổng**

Pha loãng 5 ml dung dịch thử (R 16.2) 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 ml  $\hat{=}$  0,002 % N).

**R 16.3.6 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	10 %		324,7
Fe	Sử dụng dung môi chiết		248,3
Pb	trong GM 35		217,0 hoặc 283,3

**R 16.3.7 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	1 %	Oxy-axetylen	553,6
K			766,5
Na	0,5 %		589,0

## R 17 Magie oxit MgO

Khối lượng phân tử tương đối: 40,30

### R 17.1 Yêu cầu kỹ thuật

Thuốc thử (MgO), %, không nhỏ hơn .....	96,0
Chất không tan trong axit clohydric, %, không lớn hơn .....	0,01
Chất tan trong nước, %, không lớn hơn .....	0,5
Cacbonat (tính theo CO <sub>2</sub> ), %, không lớn hơn .....	1,5
Clorua (Cl), %, không lớn hơn .....	0,01
Sulfat (SO <sub>4</sub> ), %, không lớn hơn .....	0,02
Nitơ tổng (N), %, không lớn hơn .....	0,002
Arsen (As), %, không lớn hơn .....	0,0001
Bari và stronti (tính theo Ba), %, không lớn hơn .....	0,005
Canxi (Ca), %, không lớn hơn .....	0,05
Đồng (Cu), %, không lớn hơn .....	0,001
Kim loại nặng (tính theo Pb), %, không lớn hơn .....	0,003
Sắt (Fe), %, không lớn hơn .....	0,01
Kali (K), %, không lớn hơn .....	0,005
Natri (Na), %, không lớn hơn .....	0,2
Kẽm (Zn), %, không lớn hơn .....	0,005
Lượng mất sau khi nung (ở 800 °C), %, không lớn hơn .....	4,0

### R 17.2 Chuẩn bị dung dịch thử

Lấy phần dung dịch lọc của phép xác định các chất không tan trong dung dịch axit clohydric (xem R 17.3.2) và điều chỉnh đến pH 3 bằng dung dịch amoniac (R 3). Pha loãng bằng nước đến thể tích 200 ml.

### R 17.3 Phép thử

#### R 17.3.1 Thuốc thử

Cân khoảng 1 g mẫu, chính xác đến 0,000 1 g, hoà tan trong khoảng 6 ml dung dịch axit clohydric (25 %) và 10 ml nước. Chuyển toàn bộ dung dịch vào bình định mức dung tích 500 ml, pha loãng đến vạch mức và lắc đều.

## TCVN 7764-2 : 2007

Lấy 25,00 ml dung dịch này, trung hoà bằng dung dịch amoniac (R 3), cho dư 1 ml dung dịch amoniac nữa. Cho 50 mg hỗn hợp modan đen 11 (4.3.8\*) và chuẩn độ bằng dung dịch EDTA,  $c(1/2 \text{ EDTA}) = 0,2 \text{ mol/l}$ , đến khi dung dịch có màu xanh.

1,00 ml dung dịch EDTA,  $c(1/2 \text{ EDTA}) = 0,200 \text{ mol/l}$ , tương đương với 0,004 030 g MgO.

### R 17.3.2 Các chất không tan trong axit clohydric

Hoà tan 20 g mẫu trong 40 ml nước và 150 ml dung dịch axit clohydric (25 %).

Đun đến sôi, để nguội, lọc qua phễu lọc thủy tinh xốp (độ xốp No. 40 – đường kính lỗ 16  $\mu\text{m}$  đến 40  $\mu\text{m}$ ), giữ lại phần dung dịch lọc để chuẩn bị dung dịch thử (R 17.2), và sấy khô cân đến khối lượng không đổi ở 105 °C.

Khối lượng của cặn không được vượt quá 2 mg.

### R 17.3.3 Các chất tan trong nước

Lấy 3 g mẫu, thêm 90 ml nước, đun đến sôi và lọc. Làm bay hơi 60 ml phần dung dịch lọc đến khô cạn và sấy khô cặn đến khối lượng không đổi ở 600 °C.

Khối lượng của cặn không được vượt quá 10 mg.

### R 17.3.4 Cacbonat

Cho 1 g mẫu vào thiết bị chưng cất, thêm khoảng 80 ml dung dịch axit sulfuric (16 %) và hấp thụ cacbon dioxit được tạo thành trong bình hấp thụ có chứa hỗn hợp (theo thể tích 3:1:3) 1,4-dioxan-benzylamin-etanol [95 % (theo thể tích)]. Chuẩn độ bằng dung dịch tetrabutylamoni chuẩn độ tiêu chuẩn,  $c[(\text{C}_4\text{H}_9)_4\text{NOH}] = 0,1 \text{ mol/l}$ , sử dụng dung dịch thymol xanh (0,2 % trong 1,4-dioxan) làm chất chỉ thị.

Thể tích chuẩn độ không được vượt quá 3,4 ml.

### R 17.3.5 Clorua

Hoà tan 0,5 g mẫu trong 7 ml dung dịch axit nitric (25 %), thêm vào 20 ml nước, đun đến sôi và áp dụng GM 2.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 5 ml clorua SS II (5 ml  $\hat{=}$  0,01 % Cl).

### R 17.3.6 Sulfat

Pha loãng 5 ml dung dịch thử (R 17.2) với 20 ml nước, trung hoà bằng dung dịch amoniac (R 3) và áp dụng GM 3.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 10 ml sulfat SS II (10 ml  $\hat{=}$  0,02 %  $\text{SO}_4$ ).

**R 17.3.7 Nitơ tổng**

Hoà tan 1 g mẫu trong 8 ml dung dịch axit clohydric (25 %) và áp dụng GM 6.

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

**R 17.3.8 Arsen**

Lấy 50 ml dung dịch thử (R 17.2) 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 1 % As).

**R 17.3.9 Bari và stronti**

Trộn 25 ml dung dịch bari clorua dihydrat [0,02 %  $BaCl_2 \cdot 2H_2O$  trong etanol 30 % (theo thể tích)] và 1 ml dung dịch natri sulfat decahydrat (40 %  $Na_2SO_4 \cdot 10H_2O$ ) (dung dịch tạo mầm). Sau thời gian chính xác 1 phút, thêm vào hỗn hợp dung dịch thu được 10 ml dung dịch thử (R 17.2) đã được axit hoá trước bằng 0,5 ml dung dịch axit clohydric (25 %) và 10 ml nước.

Sau 10 phút, độ đục của dung dịch thu được không được lớn hơn độ đục của dung dịch đối chứng tiêu chuẩn được chuẩn bị tương tự, sử dụng 5 ml bari SS II (5 ml  $\hat{=}$  0,005 % Ba).

**R 17.3.10 Canxi, đồng 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 (trong 73 g/l dung dịch axit clohydric)	Ngon lửa	Vạch cộng hưởng nm
Ca	4 %	Axetylen-không khí	422,7
Cu			324,7
Zn			213,9

**R 17.3.11 Các kim loại nặng**

Lấy 10 ml dung dịch thử (R 17.2), thêm 0,5 g amoni clorua (R 5), trung hoá bằng dung dịch ammoniac (R 3) và áp dụng GM 7.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 3 ml chì SS II (3 ml  $\hat{=}$  0,003 % Pb).

**R 17.3.12 Sắt**

Lấy 5 ml dung dịch thử (R 17.2) và áp dụng GM 8.1.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 5 ml sắt SS III (5 ml  $\hat{=}$  0,01 % Fe).

**TCVN 7764-2 : 2007**

**R 17.3.13 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 (trong 73 g/l dung dịch axit clohydric)	Ngon lửa	Bước sóng nm
K	4 %	Oxy-axetylen	766,5
Na	0,1 %		589,0

**R 17.3.14 Lượng mất sau khi nung**

Nung 0,5 g mẫu ở 800 °C đến khối lượng không đổi.

Khối lượng mất không được vượt quá 20 mg.

## R 18 Metanol CH<sub>3</sub>OH

Khối lượng phân tử tương đối: 32,04

### R 18.1 Yêu cầu kỹ thuật

Thuốc thử (CH <sub>3</sub> OH), %, không nhỏ hơn .....	99,8
Khối lượng riêng, g/ml .....	0,791 đến 0,793
Cặn còn lại sau khi bay hơi, %, không lớn hơn .....	0,001
Độ axit (tính bằng milimol H <sup>+</sup> ), không lớn hơn .....	0,065/100 g
Độ kiềm (tính bằng milimol OH <sup>-</sup> ), không lớn hơn .....	0,02/100 g
Các chất khử permanganat (tính theo O), %, không lớn hơn .....	0,000 5
Các chất dễ bị cacbon hoá .....	đạt
Hợp chất cacbonyl (tính theo CO), %, không lớn hơn .....	0,005
Nước, %, không lớn hơn .....	0,2

### R 18.2 Phép thử

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

Pha tinh .....	20 % Cacbowax 400
Chất mang .....	Chromosorb W [0,18 mm đến 0,25 mm (60 mesh đến 80 mesh ASTM)]
Chiều dài cột, m .....	2
Đường kính trong của cột, mm .....	5
Vật liệu cột .....	Thép không gỉ
Nhiệt độ cột, °C .....	50
Nhiệt độ bơm, °C .....	150
Nhiệt độ detector, °C .....	150
Kiểu detector .....	Dẫn nhiệt
Khí mang .....	Heli
Tốc độ dòng, ml/min .....	30
Phần mẫu thử, µl .....	5

#### R 18.2.2 Khối lượng riêng

Áp dụng GM 24.1.

## TCVN 7764-2 : 2007

### R 18.2.3 Cặn còn lại sau khi bay hơi

Lấy 100 g (126 ml) mẫu và áp dụng GM 14.

Khối lượng của cặn không được vượt quá 1 mg.

### R 18.2.4 Độ axit

Lấy 79 g (100 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 5,2 ml.

### R 18.2.5 Độ kiềm

Lấy 79 g (100 ml) mẫu và áp dụng GM 13.1, 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 4.3.6\*).

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

### R 18.2.6 Các chất khử permanganat

Lấy 16 g (20 ml) mẫu và áp dụng GM 19.1, thêm 0,1 ml dung dịch kali permanganat (3,16 g/l) và để yên dung dịch thử ở 15 °C trong 10 phút.

Màu hồng của dung dịch thu được phải không được thay đổi hoàn toàn.

### R 18.2.7 Các chất dễ bị cacbon hoá

Làm nguội 10 ml axit sulfuric (95 % ± 0,5 %) đến 10 °C, vừa khuấy vừa thêm từ từ từng giọt 10 ml mẫu, duy trì nhiệt độ của hỗn hợp không quá 20 °C.

Dung dịch thu được phải là không màu hoặc cường độ màu của dung dịch không được đậm hơn màu của dung dịch axit sulfuric hoặc màu của mẫu.

### R 18.2.8 Hợp chất cacbonyl

Lấy 4 g (5 ml) mẫu và pha loãng đến 20 ml bằng metanol không có cacbonyl (RS 4.2.11\*). Lấy 2 ml dung dịch này và áp dụng GM 23.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 2 ml cacbonyl SS II (2 ml ≙ 0,005 % CO).

### R 18.2.9 Nước

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



## R 19 Axit nitric HNO<sub>3</sub>

Khối lượng phân tử tương đối: 63,01

### R 19.1 Yêu cầu kỹ thuật

Thuốc thử (HNO <sub>3</sub> ), %, không nhỏ hơn .....	65 <sup>1)</sup>
Clorua (Cl), %, không lớn hơn .....	0,000 05
Sulfat (SO <sub>4</sub> ), %, không lớn hơn .....	0,000 2
Arsen (As), %, không lớn hơn .....	0,000 001
Đồng (Cu), %, không lớn hơn .....	0,000 01
Sắt (Fe), %, không lớn hơn .....	0,000 02
Chì (Pb), %, không lớn hơn .....	0,000 01
Tro sulfat, %, không lớn hơn .....	0,001

### R 19.2 Chuẩn bị dung dịch thử

Lấy 300 g (210 ml) mẫu vào cốc 400 ml, thêm 0,1 g natri cacbonat khan (R 30) và làm bay hơi đến khô cạn. Hoà tan căn trong 60 ml nước.

### R 19.3 Phép thử

#### R 19.3.1 Thuốc thử

Cân chính xác đến 0,000 1 g, ampun thủy tinh mỏng có dung tích thích hợp, có gắn ống mao quản ở một đầu.

Cho vào ampun khoảng 2 ml mẫu, sử dụng kỹ thuật gia nhiệt để gắn kín ampun không bị mất thủy tinh và cân chính xác đến 0,000 1 g.

Tính sự chênh lệch khối lượng của phần mẫu thử. Cho ampun vào bình nón dung tích 250 ml có chứa 50 ml nước và đậy bình bằng nút thủy tinh nhám. Lắc bình để làm vỡ ampun và tiếp tục lắc cho đến khi tất cả hơi được hấp thụ hoàn toàn. Sau đó mở bình, rửa nút và thành bình cẩn thận với nước và nghiền kỹ mảnh ampun bị vỡ bằng đũa thủy tinh. Chuẩn độ dung dịch 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<sup>1)</sup>).

1,00 ml dung dịch natri hydroxit,  $c(\text{NaOH}) = 1,000 \text{ mol/l}$ , tương đương với 0,063 01 g HNO<sub>3</sub>.

<sup>1)</sup> Axit nitric có sẵn trên thị trường có nồng độ khác cũng phù hợp với yêu cầu kỹ thuật trên, không được áp dụng, mặc dù axit nitric có chứa 95 % đến 100 % HNO<sub>3</sub>.

TCVN 7764-2 : 2007

**R 19.3.2 Clorua**

Lấy 10 ml nước, thêm vào 10 ml dung dịch thử (R 19.2) và 1 ml dung dịch bạc nitrat 17 g/l.

Trong vòng 15 phút dung dịch thu được phải không bị đục.

**R 19.3.3 Sulfat**

Lấy 10 ml dung dịch thử (R 19.2) và áp dụng GM 3.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 10 ml sulfat SS II (10 ml  $\hat{=}$  0,000 2 %  $SO_4$ ).

**R 19.3.4 Arsen**

Lấy 20 ml dung dịch thử (R 19.2) và áp dụng GM 11.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 1 ml arsen SS III (1 ml  $\hat{=}$  0,000 001 %).

**R 19.3.5 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
Cu	20 ml dung dịch thử (R 19.2) được pha loãng đến thể tích 50 ml	Axetylen-không khí	324,7
Pb			217,0 hoặc 283,3

**R 19.3.6 Sắt**

Lấy 10 ml dung dịch thử (R 19.2) 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 02 % Fe).

**R 19.3.7 Tro sulfat**

Lấy 100 g (70 ml) mẫu và áp dụng GM 17.

Khối lượng của cặn không được vượt quá 1 mg.

**R 20 Axit oxalic dihydrat**  
**C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>O<sub>4</sub>.2H<sub>2</sub>O**

Khối lượng phân tử tương đối: 126,07

**R 20.1 Yêu cầu kỹ thuật**

Thuốc thử (C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> O <sub>4</sub> .2H <sub>2</sub> O), %, không nhỏ hơn .....	99,5
Clorua (Cl), %, không lớn hơn .....	0,000 5
Sulfat (SO <sub>4</sub> ), %, không lớn hơn .....	0,005
Nitơ tổng (N), %, không lớn hơn .....	0,001
Canxi (Ca), %, 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
Tro sulfat, %, không lớn hơn .....	0,01

**R 20.2 Chuẩn bị dung dịch thử****R 20.2.1 Dung dịch thử I**

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

**R 20.2.2 Dung dịch thử II**

Lấy 12 g mẫu và 1 g natri cacbonat khan. Thêm 1 giọt dung dịch amoni vanadat (1 %), và làm bay hơi vài lần với 20 ml axit nitric (R 19) cho đến khi phân huỷ hoàn toàn và không còn các oxit của nitơ thoát ra. Làm bay hơi một lần nữa với 20 ml dung dịch axit clohydric (25 %) và hoà tan cần trong 1 ml dung dịch axit clohydric trên và 24 ml nước.

**R 20.2.3 Dung dịch thử III**

Sử dụng qui trình qui định trong R 20.2.2, nhưng dùng 2 g mẫu.

**R 20.3 Phép thử****R 20.3.1 Thuốc thử**

Cân khoảng 0,25 g mẫu, chính xác đến 0,000 1 g và hoà tan trong khoảng 50 ml nước.

Axit hoá dung dịch bằng axit sulfuric (R 37), chuẩn độ ở nhiệt độ khoảng từ 60 °C đến 80 °C 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 0,006 303 3 g C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>O<sub>4</sub>.2H<sub>2</sub>O.

TCVN 7764-2 : 2007

**R 20.3.2 Clorua**

Lấy 20 ml dung dịch thử I (R 20.2.1) 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 20.3.3 Sulfat**

Lấy 4 ml dung dịch thử II (R 20.2.2), thêm 14 ml nước và áp dụng GM 3, tuy nhiên không cần axit hoá dung dịch thử II.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 8 ml sulfat SS II (4 ml  $\hat{=}$  0,002 %  $SO_4$ ) và 4 ml dung dịch thử III (R 20.2.3).

**R 20.3.4 Nitơ tổng**

Pha loãng 20 ml dung dịch thử I (R 20.2.1) đến 100 ml bằng nước và áp dụng GM 6.

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

**R 20.3.5 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 thử I (R 20.2.1)	Axetylen-không khí	422,7

**R 20.3.6 Các kim loại nặng**

Lấy 10 ml dung dịch thử II (R 20.2.2), trung hoà bằng dung dịch amoniac (10 %) và áp dụng GM 7.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 2 ml chì SS II (2 ml  $\hat{=}$  0,000 5 % Pb) và 10 ml dung dịch thử III (R 20.2.3).

**R 20.3.7 Sắt**

Lấy 20 ml dung dịch thử I (R 20.2.1), 2 ml dung dịch axit 5-sulfosalicylic và 5 ml dung dịch amoniac (R 3).

Màu vàng của dung dịch thử phải không đậm hơn màu của dung dịch đối chứng tiêu chuẩn chuẩn bị tương tự, sử dụng 0,4 ml sắt SS II (0,4 ml  $\hat{=}$  0,000 2 % Fe).

**R 20.3.8 Tro sulfat**

Lấy 10 g mẫu và áp dụng GM 16.

Khối lượng của cặn không được vượt quá 1 mg.

## R 21 Axit percloric HClO<sub>4</sub>

Khối lượng phân tử tương đối: 100,46

### R 21.1 Yêu cầu kỹ thuật

Thuốc thử (HClO <sub>4</sub> ), % .....	70 đến 73 <sup>1)</sup>
Clorat (ClO <sub>3</sub> ), %, không lớn hơn .....	0,001
Clorua (Cl), %, không lớn hơn .....	0,000 3
Clơ tự do (Cl), %, không lớn hơn .....	0,000 5
Phosphat và silicat (tính theo SiO <sub>2</sub> ), %, không lớn hơn .....	0,005
Sulfat (SO <sub>4</sub> ), %, không lớn hơn .....	0,001
Nitơ tổng (N), %, không lớn hơn .....	0,002
Arsen (As), %, không lớn hơn .....	0,000 005
Đồng (Cu), %, không lớn hơn .....	0,000 01
Sắt (Fe), %, không lớn hơn .....	0,000 2
Chì (Pb), %, không lớn hơn .....	0,000 01
Mangan (Mn), %, không lớn hơn .....	0,000 05
Bạc (Ag), %, không lớn hơn .....	0,000 5
Tro sulfat, %, không lớn hơn .....	0,03

### R 21.2 Phép thử

#### R 21.2.1 Thuốc thử

Cân khoảng 5 g mẫu, chính xác đến 0,000 1 g, pha loãng bằng 50 ml nước. Chuẩn độ 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<sup>1)</sup>).

1,00 ml dung dịch natri hydroxit,  $c(\text{NaOH}) = 1,000 \text{ mol/l}$ , tương đương với 0,100 5 g HClO<sub>4</sub>.

#### R 21.2.2 Clorat

Pha loãng 20 g (12 ml) mẫu bằng 33 ml nước, thêm 2 ml axit nitric (R 19), 0,1 g natri nitrit và 2,5 ml dung dịch bạc nitrat 17 g/l.

Sau 5 phút, màu trắng sữa của dung dịch thu được không được đậm hơn màu của dung dịch đối chứng tiêu chuẩn được chuẩn bị tương tự, sử dụng 8,5 ml clorua SS II (8,5 ml  $\cong$  0,001 % ClO<sub>3</sub>).

<sup>1)</sup> Axit percloric có sẵn trên thị trường ở các nồng độ khác phù hợp với yêu cầu kỹ thuật trên.

## TCVN 7764-2 : 2007

### R 21.2.3 Clorua

Pha loãng 10 g (6 ml) mẫu bằng 45 ml nước, thêm 1 ml dung dịch axit nitric (30 %) và áp dụng GM 2.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 3 ml clorua SS II (3 ml  $\hat{=}$  0,000 3 % Cl).

### R 21.2.4 Clo tự do

Pha loãng 1,8 g (1,1 ml) mẫu với 20 ml nước đun sôi và để nguội. Thêm 1 ml dung dịch cadimi iodua và 1 ml tinh bột (IS 4.3.11 \*) và để ở chỗ tối trong 10 phút.

Sau khi thêm 0,05 ml dung dịch natri thiosulfat,  $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,005 \text{ mol/l}$  dung dịch phải có màu xanh.

### R 21.2.5 Phosphat và silicat

Trung hoà 5 g (3 ml) mẫu với dung dịch amoniac (10 %) và pha loãng đến thể tích 80 ml bằng nước. Cho 5 ml dung dịch hexaamoni heptamolyphdat (10 %) và điều chỉnh đến pH 1,8 bằng axit clohydric (R 13). Cho 10 ml axit clohydric (R 13), chiết với 20 ml 4-metyl-2-pentanon. Rửa pha hữu cơ với 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 phải không được đậm hơn màu của dung dịch đối chứng tiêu chuẩn chuẩn bị tương tự, sử dụng 2,5 ml silicat SS I (2,5 ml  $\hat{=}$  0,005 %  $\text{SiO}_2$ ).

### R 21.2.6 Sulfat

Pha loãng 5 g (3 ml) mẫu với 10 ml nước, trung hoà bằng dung dịch amoniac (R 3), pha loãng đến thể tích 20 ml và áp dụng GM 3.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 5 ml sulfat SS II (5 ml  $\hat{=}$  0,001 %  $\text{SO}_4$ ).

### R 21.2.7 Nitơ tổng

Pha loãng 1 g (0,6 ml) mẫu với 140 ml nước và áp dụng GM 6.

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

### R 21.2.8 Arsen

Pha loãng 40 g (24 ml) mẫu bằng 50 ml nước và áp dụng GM 11.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 2 ml arsen SS III (2 ml  $\hat{=}$  0,000 005 % As).

### R 21.2.9 Đồng, sắt, chì, mangan và bạc

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 500 g (290 ml) mẫu đến khô cạn, hoà tan cạn trong 0,25 ml axit clohydric (R 13) và pha loãng đến thể tích 50 ml bằng nước	Axetylen-không khí	324,7
Fe			248,3
Pb			217,0 hoặc 283,3
Mn			279,5
Ag			328,1

**R 21.2.10 Tro sulfat**

Lấy 33 g (20 ml) mẫu và áp dụng GM 17.

Khối lượng của cặn không được vượt quá 1 mg.

## R 22 Axit phosphoric $H_3PO_4$

Khối lượng phân tử tương đối: 98,00

### R 22.1 Yêu cầu kỹ thuật

Thuốc thử ( $H_3PO_4$ ), %, không nhỏ hơn .....	85 <sup>1)</sup>
Clorua (Cl), %, không lớn hơn .....	0,000 3
Sulfat ( $SO_4$ ), %, không lớn hơn .....	0,005
Arsen (As), %, không lớn hơn .....	0,000 1
Cadimi (Cd), %, không lớn hơn .....	0,000 5
Đồng (Cu), %, không lớn hơn .....	0,000 5
Sắt (Fe), %, không lớn hơn .....	0,001
Chì (Pb), %, không lớn hơn .....	0,001
Mangan (Mn), %, không lớn hơn .....	0,000 5
Niken (Ni), %, không lớn hơn .....	0,000 5
Kali (K), %, không lớn hơn .....	0,005
Natri (Na), %, không lớn hơn .....	0,05
Kẽm (Zn), %, không lớn hơn .....	0,01
Các axit bay hơi (tính bằng milimol $H^+$ ), không lớn hơn .....	0,02/100 g

### R 22.2 Phép thử

#### R 22.2.1 Thuốc thử

Cân khoảng 2,5 g mẫu, chính xác đến 0,000 1 g, pha loãng bằng 100 ml nước. Cho 0,5 ml chỉ thị thymolphthalein (IS 4.3.12<sup>1)</sup>) và chuẩn độ bằng dung dịch natri hydroxit chuẩn độ tiêu chuẩn,  $c(NaOH) = 1 \text{ mol/l}$ .

1,00 ml dung dịch natri hydroxit,  $c(NaOH) = 1,000 \text{ mol/l}$ , tương đương với 0,049 00 g  $H_3PO_4$ .

#### R 22.2.3 Clorua

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

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 1,5 ml clorua SS II (1,5 ml  $\hat{=}$  0,000 3 % Cl).

<sup>1)</sup> Axit phosphoric có sẵn trên thị trường có nồng độ khoảng 88 %  $H_3PO_4$ , phù hợp với yêu cầu kỹ thuật trên.



**R 22.2.3 Sulfat**

Pha loãng 2 g (1,2 ml) mẫu với 20 ml nước và áp dụng GM 3.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 10 ml sulfat SS II (10 ml  $\equiv$  0,005 %  $\text{SO}_4$ ).

**R 22.2.4 Arsen**

Pha loãng 5 g (3 ml) mẫu với 30 ml nước và áp dụng GM 11.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 5 ml arsen SS III (5 ml  $\equiv$  0,000 1 % As).

**R 22.2.5 Cadimi, đồng, sắt, chì, mangan, niken 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
Cd	20 %	Axetylen-không khí	228,8
Cu			324,7
Fe			248,3
Pb	40 %		217,0 hoặc 283,3
Mn	20 %		279,5
Ni			232,0 hoặc 352,5
Zn			213,9

**R 22.2.6 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	5 %	Oxy-axetylen	766,5
Na			589,0

**R 22.2.7 Các axit bay hơi**

Pha loãng 60 g (35 ml) mẫu với 100 ml nước đun sôi, để nguội và chưng cất lấy 50 ml. Thêm vào phần chưng cất 2 giọt chỉ thị phenolphthalein (IS 4.3.9\*) và chuẩn độ bằng dung dịch natri hydroxit chuẩn độ tiêu chuẩn,  $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/l}$ , đến khi xuất hiện màu hồng nhạt.

Thể tích chuẩn độ không được vượt quá 0,12 ml.

## R 23 Kali dicromat

### $K_2Cr_2O_7$

Khối lượng phân tử tương đối: 294,19

#### R 23.1 Yêu cầu kỹ thuật

Thuốc thử ( $K_2Cr_2O_7$ ), %, không nhỏ hơn .....	99,5
Clorua (Cl), %, không lớn hơn .....	0,001
Sulfat ( $SO_4$ ), %, không lớn hơn .....	0,01
Canxi (Ca), %, không lớn hơn .....	0,002
Đồng (Cu), %, không lớn hơn .....	0,001
Sắt (Fe), %, không lớn hơn .....	0,002
Chì (Pb), %, không lớn hơn .....	0,001
Mangan (Mn), %, không lớn hơn .....	0,005
Natri (Na), %, không lớn hơn .....	0,02
Mất sau sấy, %, không lớn hơn .....	0,05

#### R 23.2 Chuẩn bị dung dịch thử

Hoà tan 20 g mẫu trong nước và pha loãng đến thể tích 200 ml.

#### R 23.3 Phép thử

##### R 23.3.1 Thuốc thử

Cân khoảng 0,2 g mẫu, chính xác đến 0,000 1 g, và hoà tan trong khoảng 25 ml nước.

Cho vào dung dịch này 2 g kali iodua (R 25) và khuấy cho đến tan. Cho thêm một hỗn hợp gồm 100 ml nước và 10 ml axit clohydric (R 13), và để yên ở chỗ tối trong 10 phút.

Pha loãng bằng 100 ml nước và chuẩn độ iot được giải phóng ra bằng dung dịch natri thiosulfat chuẩn độ tiêu chuẩn,  $c(Na_2S_2O_3) = 0,1 \text{ mol/l}$ , cho thêm tinh bột (IS 4.3.11\*) vào cuối phép chuẩn độ.

Thực hiện phép thử trắng với các thuốc thử đã sử dụng.

1,00 ml dung dịch natri thiosulfat,  $c(Na_2S_2O_3) = 0,100 \text{ mol/l}$ , tương đương với 0,004 903 g  $K_2Cr_2O_7$ .

##### R 23.3.2 Clorua

Lấy 10 ml dung dịch thử (R 23.2), cho thêm 20 ml nước và áp dụng GM 2.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 5 ml dung dịch thử (R 23.2) và 0,5 ml clorua SS II ( $0,5 \text{ ml} \approx 0,001 \% \text{ Cl}$ ).

**R 23.3.4 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
Cu	10 %	Axetylen-không khí	324,7
Pb			217,0 hoặc 283,3
Ca	4 %		422,7

**R 23.2.5 Sắt**

Lấy 10 ml dung dịch thử (R 23.2), thêm 10 ml axit clohydric (R 13) và 10 ml etanol (R 11), để yên cho đến khi khử hoàn toàn (màu xanh), thêm 1 ml hydro peroxit (R 14) và làm bay hơi đến thể tích 10 ml. Để nguội, chuyển sang phễu chiết, thêm 10 ml 4-metyli-pentan-2-one, lắc mạnh trong 1 phút, để tách pha và loại bỏ pha nước màu xanh.

Tiếp tục rửa pha hữu cơ bằng 10 ml hỗn hợp gồm các thể tích bằng nhau của axit clohydric (R 13) và nước, để tách pha và loại bỏ pha nước. Thêm tiếp 10 ml nước vào pha hữu cơ, lắc mạnh trong 1 phút, để tách pha và áp dụng GM 8.1 đối với pha nước.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn theo cách như vậy, sử dụng 2 ml sắt SS II (2 ml  $\pm$  0,002 % Fe).

**R 23.3.6 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	Bước sóng nm
Na	2 %	Oxy-axetylen	589,0

**R 23.3.7 Lượng mất sau khi sấy**

Sấy 2 g mẫu đến khối lượng không đổi ở 100 °C đến 105 °C.

Lượng mất tính bằng khối lượng không được vượt quá 1 mg.

## R 24 Kali hydroxit KOH

Khối lượng phân tử tương đối: 56,108

### R 24.1 Yêu cầu kỹ thuật

Thuốc thử (KOH), %, không nhỏ hơn .....	85
Carbonat (tính theo $K_2CO_3$ ), %, không lớn hơn, .....	1,5
Clorua (Cl), %, không lớn hơn .....	0,005
Phosphat ( $PO_4$ ), %, không lớn hơn .....	0,001
Silicat (tính theo $SiO_2$ ), %, không lớn hơn .....	0,01
Sulfat ( $SO_4$ ), %, không lớn hơn .....	0,005
Nitơ tổng (N), %, không lớn hơn .....	0,001
Nhôm (Al), %, không lớn hơn .....	0,002
Sắt (Fe), %, không lớn hơn .....	0,001
Chì (Pb), %, không lớn hơn .....	0,001
Magie (Mg), %, không lớn hơn .....	0,000 5
Niken (Ni), %, không lớn hơn .....	0,001
Natri (Na), %, không lớn hơn .....	0,5
Kẽm (Zn), %, không lớn hơn .....	0,001

### R 24.2 Chuẩn bị dung dịch thử

#### R 24.2.1 Dung dịch thử I

Hoà tan 50 g mẫu trong khoảng 200 ml nước vào cốc polyetylen và pha loãng đến thể tích 250 ml. Bảo quản dung dịch này trong chai polyetylen.

#### R 24.2.2 Dung dịch thử II

Trung hoà 100,0 ml dung dịch thử I (R 24.2.1) trong cốc polyetylen bằng axit clohydric (R 13), giữ hỗn hợp lạnh và pha loãng đến thể tích 200 ml.

### R 24.3 Phép thử

#### R 24.3.1 Thuốc thử

Cân khoảng 2,5 g mẫu, chính xác đến 0,000 1 g và hoà tan trong 50 ml nước không có cacbon đioxit.

Cho vào dung dịch này 2,0 ml dung dịch bariclorua ( $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  10 %) và 2 giọt chỉ thị phenolphthalein (IS 4.3.9'). Chuẩn độ bằng dung dịch axit clohydric chuẩn độ tiêu chuẩn,  $c(\text{HCl}) = 1 \text{ mol/l}$ , cho đến khi dung dịch trở nên không màu.

1,00 ml dung dịch axit clohydric,  $c(\text{HCl}) = 1,000 \text{ mol/l}$ , tương đương với 0,056 1 g KOH.

Sử dụng dung dịch đã trung hoà đối với phép thử R 24.3.2.

#### R 24.3.2 Cacbonat

Cho thêm 1 ml chỉ thị bromphenol xanh (IS 4.3.2') vào dung dịch trung hoà được giữ lại trong phép thử R 24.3.1 và chuẩn độ dung dịch này bằng dung dịch axit clohydric chuẩn độ tiêu chuẩn,  $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$ , đến khi dung dịch chuyển từ màu xanh sang màu vàng.

1,00 ml dung dịch axit clohydric,  $c(\text{HCl}) = 0,100 \text{ mol/l}$ , tương đương với 0,006 91 g  $\text{K}_2\text{CO}_3$ .

#### R 24.3.3 Clorua

Lấy 10 ml dung dịch thử I (R 24.2.1), trung hoà với dung dịch axit nitric (10 %) và áp dụng GM 2.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 10 ml clorua SS II (10 ml  $\hat{=}$  0,005 % Cl).

#### R 24.3.4 Phosphat

Lấy 50 ml dung dịch thử II (R 24.2.2) và áp dụng GM 4.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 5 ml phosphat SS II (5 ml  $\hat{=}$  0,001 %  $\text{PO}_4$ ).

#### R 24.3.5 Silicat

Lấy 10 ml dung dịch thử II (R 24.2.2) và áp dụng GM 5.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 10 ml silicat SS II (10 ml  $\hat{=}$  0,01 %  $\text{SiO}_2$ ).

#### R 24.3.6 Sulfat

Lấy 25 ml dung dịch thử II (R 24.2.2) và áp dụng GM 3.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 12,5 ml sulfat SS II (12,5 ml  $\hat{=}$  0,005 %  $\text{SO}_4$ ).

#### R 24.3.7 Nitơ tổng

Lấy 25 ml dung dịch thử I (R 24.2.1) và áp dụng GM 6.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 5 ml nitơ SS III (5 ml  $\hat{=}$  0,001 % N).

#### R 24.3.8 Nhôm

Lấy 10 ml dung dịch thử II (R 24.2.2) và áp dụng GM 9.

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

TCVN 7764-2 : 2007

#### R 24.3.9 Sắt

Lấy 20 ml dung dịch thử II (R 24.2.2) và áp dụng GM 8.1.

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

#### R 24.3.10 Canxi, chì, magie, niken 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
Ca	10 %	Axetylen-không khí	422,7
Mg			285,2
Ni			232,0 hoặc 352,5
Pb	4 % Sử dụng dung môi chiết trong GM 35		217,0 hoặc 283,3
Zn	10 %		213,9

#### R 24.3.11 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	5 %	Oxy-axetylen	589,0

## R 25 Kali iodua KI

Khối lượng phân tử tương đối: 166,01

### R 25.1 Yêu cầu kỹ thuật

Thuốc thử (KI), %, không nhỏ hơn .....	99,5
pH (dung dịch 5 %): 6 đến 8	
Clorua và bromua (tính theo Cl), %, không lớn hơn .....	0,01
Iodat và iot (tính theo $IO_3$ ), %, không lớn hơn .....	0,000 3
Phosphat ( $PO_4$ ), %, không lớn hơn .....	0,001
Sulfat ( $SO_4$ ), %, không lớn hơn .....	0,005
Nitơ tổng (N), %, không lớn hơn .....	0,001
Arsen (As), %, không lớn hơn .....	0,000 01
Kim loại nặng (tính theo chì), %, không lớn hơn .....	0,000 5
Sắt (Fe), %, không lớn hơn .....	0,000 5
Canxi (Ca), %, không lớn hơn .....	0,001
Magie (Mg), %, không lớn hơn .....	0,001
Natri (Na), %, không lớn hơn .....	0,05
Các chất khử .....	đạt

### R 25.2 Chuẩn bị dung dịch thử

Hoà tan 40 g mẫu trong khoảng 150 ml nước và pha loãng đến thể tích 200 ml.

Bảo quản dung dịch này tránh ánh sáng và chỉ sử dụng khi dung dịch không màu.

### R 25.3 Phép thử

#### R 25.3.1 Thuốc thử

Cân 0,48 g đến 0,52 g mẫu, chính xác đến 0,000 1 g và hoà tan trong 25 ml nước.

Cho vào dung dịch này 35,0 ml dung dịch bạc nitrat chuẩn độ tiêu chuẩn,  $c(AgNO_3) = 0,1 \text{ mol/l}$ , sau đó thêm 5 ml axit nitric (R 19). Chuẩn độ bằng dung dịch kali thioxianat chuẩn độ tiêu chuẩn,  $c(KSCN) = 0,1 \text{ mol/l}$  với chỉ thị amoni sắt(III) sulfat (IS 4.3.1\*) đến khi dung dịch có màu hồng.

1,00 ml dung dịch bạc nitrat,  $c(AgNO_3) = 0,100 \text{ mol/l}$ , tương đương với 0,016 6 g KI.

**R 25.3.2 pH**

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

**R 25.3.3 Clorua và bromua**

Lấy 2,5 ml dung dịch thử (R 25.2), thêm 10 ml nước, 2,5 ml dung dịch amoniac (R 3) và 35 ml dung dịch bạc nitrat chuẩn độ tiêu chuẩn,  $c(\text{AgNO}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$ . Khuấy và lọc. Lấy 10 ml phần dung dịch lọc, thêm 2,5 ml dung dịch axit nitric (25 %).

Tại cùng thời điểm, chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 1 ml clorua SS II (1 ml  $\hat{=}$  0,01 % Cl). Sau 2 phút, màu trắng sữa của dung dịch thử phải đậm hơn màu của dung dịch đối chứng tiêu chuẩn chuẩn bị tương tự.

**R 25.3.4 Iodat và iot**

Hoà tan 2 g mẫu trong 50 ml nước, và thêm 3 ml dung dịch axit sulfuric chuẩn độ tiêu chuẩn,  $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4) = 0,1 \text{ mol/l}$ , và 5 ml tinh bột (IS 4.3.11\*).

Quan sát trong vòng 10 giây không có màu xanh hoặc xanh tím.

**R 25.3.5 Phosphat**

Lấy 10 ml dung dịch thử (R 25.2) và áp dụng GM 4.

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

**R 25.3.6 Sulfat**

Lấy 10 ml dung dịch thử (R 25.2) và áp dụng GM 6.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 10 ml sulfat SS II (10 ml  $\hat{=}$  0,005 %  $\text{SO}_4$ ).

**R 25.3.7 Nitơ tổng**

Lấy 25 ml dung dịch thử (R 25.2) và áp dụng GM 6.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 5 ml nitơ SS II (5 ml  $\hat{=}$  0,001 % N).

**R 25.3.8 Arsen**

Lấy 50 ml dung dịch thử (R 25.2) và áp dụng GM 11.

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

**R 25.3.9 Các kim loại nặng**

Lấy 20 ml dung dịch thử (R 25.2) và áp dụng GM 7.

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



**R 25.3.10 Sắt**

Lấy 10 ml dung dịch thử (R 25.2) 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 25.3.11 Canxi 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	10 %	Axetylen-không khí	422,7
Mg	5 %		285,2

**R 25.3.12 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 %	Oxy-axetylen	589,0

**R 25.3.13 Các chất khử**

Hoà tan 1,5 g mẫu trong 10 ml nước không có cacbon dioxit, và cho liên tiếp 1 ml dung dịch axit sulfuric (20 %), 5 % tinh bột (IS 4.3.11\*) và 0,05 ml dung dịch iot chuẩn độ tiêu chuẩn,  $c(1/2 I_2) = 0,002 \text{ mol/l}$ .

Màu của dung dịch bền trong 30 giây.

## R 26 Kali permanganat KMnO<sub>4</sub>

Khối lượng phân tử tương đối: 158,04

### R 26.1 Yêu cầu kỹ thuật

Thuốc thử (KMnO <sub>4</sub> ), %, không nhỏ hơn .....	99
Tạp chất không tan nước, % không lớn hơn .....	0,1
Clorua (Cl), %, không lớn hơn .....	0,005
Sulfat (SO <sub>4</sub> ), %, không lớn hơn .....	0,005
Nitơ tổng (N), %, không lớn hơn .....	0,005
Kim loại nặng (tính theo Pb), %, không lớn hơn .....	0,003
Sắt (Fe), %, không lớn hơn .....	0,002

### R 26.2 Chuẩn bị dung dịch thử

Hoà tan 5 g mẫu trong 50 ml nước, thêm 30 ml axit clohydric (R 13) và làm bay hơi đến khô cạn trên bếp cách thủy. Hoà tan cạn trong 5 ml axit clohydric (R 13) và lại làm bay hơi đến khô cạn.

Hoà tan cạn trong khoảng 30 ml nước và pha loãng đến thể tích 50 ml.

### R 26.3 Phép thử

#### R 26.3.1 Thuốc thử

Cân khoảng 1 g mẫu, chính xác đến 0,000 1 g, cho mẫu vào bình định mức dung tích 500 ml và hoà tan trong khoảng 200 ml nước. Pha loãng đến vạch mức bằng nước và lắc đều.

Lấy 50,0 ml dung dịch này, thêm 15 ml dung dịch kali iodua (20 %) và 15 ml dung dịch axit sulfuric (20 %), chuẩn độ iot được 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 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 0,003 16 g KMnO<sub>4</sub>.

#### R 26.3.2 Tạp chất không tan trong nước

Lấy 2 g mẫu và áp dụng GM 1.

Khối lượng của cặn không được vượt quá 2 mg.

**R 26.3.3 Clorua**

Hoà tan 2 g mẫu trong 35 ml nước, thêm 5 ml axit nitric (R 19) từ từ từng giọt, 3 ml hydro peroxit (R 14). Khi phép khử hoàn toàn, pha loãng chính xác đến thể tích 100 ml. Lấy 10 ml dung dịch khử và áp dụng GM 2.

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

**R 26.3.4 Sulfat**

Lấy 10 ml dung dịch thử (R 26.2) 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 26.3.5 Nitơ tổng**

Hoà tan 1 g mẫu trong 100 ml nước và áp dụng GM 6.

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

**R 25.3.9 Các kim loại nặng**

Lấy 5 ml dung dịch thử (R 26.2), thêm 5 ml nước và áp dụng GM 7.

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

**R 26.3.7 Sắt**

Lấy 5 ml dung dịch thử (R 26.2), thêm 5 ml nước và áp dụng GM 8.1.

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

**R 27 Kali natri tartrate tetrahydrat**  
 $C_4H_4O_6KNa \cdot 4H_2O$

Khối lượng phân tử tương đối: 282,23

**R 27.1 Yêu cầu kỹ thuật**

Thuốc thử ( $C_4H_4O_6KNa \cdot 4H_2O$ ), %, không nhỏ hơn .....	99
pH (dung dịch 5 %): 6,5 đến 8,5	
Tạp chất không tan nước, %, không lớn hơn .....	0,005
Clorua (Cl), %, không lớn hơn .....	0,001
Phosphat ( $PO_4$ ), %, không lớn hơn .....	0,002
Sulfat ( $SO_4$ ), %, không lớn hơn .....	0,005
Amoni ( $NH_4$ ), %, không lớn hơn .....	0,002
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 .....	0,000 5

**R 27.2 Chuẩn bị dung dịch thử**

Hoà tan 20 g mẫu trong nước và pha loãng đến thể tích 200 ml.

**R 27.3 Phép thử****R 27.3.1 Thuốc thử**

Cân khoảng 0,5 g mẫu, chính xác đến 0,000 1 g, và hoà tan trong 5 ml axit fomic (99 %).

Cho vào dung dịch này 50 ml axit axetic (R 1) và 15 ml axit anhydrit. Chuẩn độ với dung dịch axit perchloric chuẩn độ tiêu chuẩn,  $c(HClO_4) = 0,1 \text{ mol/l}$  trong axit axetic khan, sử dụng chỉ thị tím tinh thể (IS 4.3.3').

1,00 ml dung dịch axit perchloric,  $c(HClO_4) = 0,100 \text{ mol/l}$ , tương đương với 0,014 11 g  $C_4H_4O_6KNa \cdot 4H_2O$ .

**R 27.3.2 pH**

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

**R 27.3.3 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 27.3.4 Clorua**

Pha loãng 10 ml dung dịch thử (R 27.2) đến 20 ml và 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 27.3.5 Phosphat**

Nung 1 g mẫu trên đĩa platin. Hoà tan cặn trong 5 ml nước và 5 ml axit nitric (R 19), làm bay hơi đến khô cạn. Hoà tan cặn trong 20 ml nước 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 27.3.6 Sulfat**

Lấy 10 ml dung dịch thử (R 27.2), axit hoá bằng cách nhỏ từ từ từng giọt dung dịch axit clohydric (25 %) và áp dụng GM 3. Để yên trong 1 h trước khi quan sát kết quả.

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

**R 27.3.7 Amoni**

Lấy 10 ml dung dịch thử (R 27.2) và áp dụng GM 10

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 2 ml amoni SS II (2 ml  $\hat{=}$  0,002 %  $NH_4$ ).

**R 27.3.8 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	Ngon lửa	Vạch cộng hưởng nm
Ca	10 %	Axetylen-không khí	422,7
Cu	10 %		324,7
Pb	Sử dụng dung môi chiết trong GM 35		217,0 hoặc 283,3

**R 27.3.9 Sắt**

Lấy 20 ml dung dịch thử (R 27.2), axit hoá bằng cách nhỏ từ từ từng giọt dung dịch axit clohydric (20 %) để hoà tan cặn bất kỳ 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 28 Bạc nitrat AgNO<sub>3</sub>

Khối lượng phân tử tương đối: 169,87

### R 28.1 Yêu cầu kỹ thuật

Thuốc thử (AgNO <sub>3</sub> ), %, không nhỏ hơn .....	99,8
Clorua (Cl), %, không lớn hơn .....	0,001
Sulfat (SO <sub>4</sub> ), %, 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 .....	0,001
Các chất không bị kết tủa bởi	
axit clohydric (tính theo sulfat), %, không lớn hơn .....	0,01

### R 28.2 Phép thử

#### R 28.2.1 Thuốc thử

Cân 0,855 g mẫu, chính xác đến 0,000 1 g, và hoà tan trong 50 ml nước.

Cho vào dung dịch này 50,00 ml dung dịch natri clorua chuẩn độ tiêu chuẩn,  $c(\text{NaCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$ , 0,1 ml dung dịch axit sulfuric (50 %), 0,25 ml dung dịch kali sulfat bão hoà và 20 ml etanol [95 % (theo thể tích)]. Chuẩn độ điện thế bằng dung dịch natri clorua chuẩn độ tiêu chuẩn,  $c(\text{NaCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$ , sử dụng điện cực Ag-Hg/Hg<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, cho thêm chất chuẩn độ từng lượng bằng 0,1 ml từ microburet.

1,00 ml dung dịch natri clorua,  $c(\text{NaCl}) = 0,100 \text{ mol/l}$ , tương đương với 0,016 99 g AgNO<sub>3</sub>.

#### R 28.3.2 Clorua

Hoà tan 2 g mẫu trong 25 ml nước, thêm 1 ml axit nitric (R 19), để yên ở chỗ tối trong 10 phút và lọc qua giấy lọc không có clorua (dung dịch A).

Hoà tan 2 g khác của mẫu trong 25 ml nước, thêm 1 ml axit nitric (R 19) và để yên ở chỗ tối trong 10 phút. Màu trắng sữa của dung dịch này không được đục hơn màu của dung dịch đối chứng tiêu chuẩn được chuẩn bị bằng cách cho thêm 2 ml clorua SS II đối với dung dịch A (2 ml ± 0,001 % Cl).

**R 28.2.3 Sulfat**

Trộn 0,25 ml dung dịch kali sulfat etanolic [0,02 % trong etanol (30 % V/V)] với 1 ml dung dịch bari nitrat bão hoà (dung dịch tạo mầm). Sau 1 phút, thêm vào hỗn hợp này dung dịch gồm 1 g mẫu trong 5 ml nước đã được axit hoá bằng 0,5 ml axit axetic (30 %).

Sau 5 phút, độ đục của dung dịch thử không được đục hơn độ đục của dung dịch đối chứng tiêu chuẩn chuẩn bị tương tự, sử dụng 2 ml sulfat SS II (2 ml  $\approx$  0,002 %  $\text{SO}_4$ ).

**R 28.2.4 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	Ngon lửa	Vạch cộng hưởng nm
Cu	Hoà tan 10 g mẫu trong 40 ml nước, cho thêm 10 g axit acrobic, khuấy đều và để yên trong 5 phút. Lọc, rửa bằng nước. Gộp phần dung dịch lọc và phần rửa, pha loãng đến thể tích 50 ml	Axetylen-không khí	324,7
Fe			248,3
Pb			217,0 hoặc 283,3

**R 28.2.5 Các chất không bị kết tủa bởi axit clohydric**

Hoà tan 10 g mẫu trong 300 ml nước, đun đến sôi và thêm 12 ml dung dịch axit clohydric (20 %). Để yên ở chỗ tối trong 12 h, lọc và làm bay hơi phần dung dịch lọc đến khô cạn. Hoà tan cạn trong 0,2 ml dung dịch axit clohydric (20 %) và 10 ml nước, đun sôi và lọc.

Thêm vài giọt axit sulfuric (R 37) vào phần dung dịch lọc và làm bay hơi trong đĩa hoặc cốc đã trừ bì. Tiếp tục đun nóng ở nhiệt độ thấp cho đến khi hết khói, sau đó nung ở nhiệt độ  $650\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$  trong 15 phút, làm nguội trong bình hút ẩm và cân.

Khối lượng cạn không được vượt quá 1 mg.

**R 29 Natri acetate trihydrat**  
**CH<sub>3</sub>COONa.3H<sub>2</sub>O**

Khối lượng phân tử tương đối: 136,08

**R 29.1 Yêu cầu kỹ thuật**

Thuốc thử (CH <sub>3</sub> COONa.3H <sub>2</sub> O), %, không nhỏ hơn .....	99
pH (dung dịch 5 %): 7,5 đến 9	
Clorua (Cl), %, không lớn hơn .....	0,000 5
Phosphat (PO <sub>4</sub> ), %, không lớn hơn .....	0,000 5
Sulfat (SO <sub>4</sub> ), %, không lớn hơn .....	0,002
Nhôm (Al), %, 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
Kali (K), %, không lớn hơn .....	0,005
Các chất khử permanganat (tính theo HCOOH), %, không lớn hơn .....	0,005

**R 29.2 Chuẩn bị dung dịch thử**

Hoà tan 20 g mẫu trong 100 ml nước và pha loãng đến thể tích 200 ml.

**R 29.3 Phép thử****R 29.3.1 Thuốc thử**

Cân khoảng 0,4 g mẫu, chính xác đến 0,000 1 g, và hoà tan trong 25 ml axit axetic (R 1).

Cho vào dung dịch này 0,4 ml dung dịch 1-naphtholbenzen [0,1 % trong axit axetic (R 1)] và chuẩn độ với 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.

1,00 ml dung dịch axit perchloric,  $c(\text{HClO}_4) = 0,100 \text{ mol/l}$ , tương đương với 0,013 61 g CH<sub>3</sub>COONa.3H<sub>2</sub>O.

**R 29.3.2 pH**

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



**R 29.3.3 Clorua**

Lấy 20 ml dung dịch thử (R 29.2) và áp dụng GM 2, sử dụng 1 ml axit nitric (R 19) thay cho axit nitric (25 %).

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

**R 29.3.4 Phosphat**

Lấy 30 ml dung dịch thử (R 29.2), thêm vào 50 ml nước và áp dụng GM 4.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 1,5 ml phosphat SS II (1,5 ml  $\equiv$  0,000 5 %  $PO_4$ ).

**R 29.3.5 Sulfat**

Lấy 20 ml dung dịch thử (R 29.2) và áp dụng GM 3.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 4 ml sulfat SS II (4 ml  $\equiv$  0,002 %  $SO_4$ ).

**R 29.3.6 Nhôm**

Lấy 15 ml dung dịch thử (R 29.2) và áp dụng GM 9.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 5 ml dung dịch thử (R 29.2) và 0,5 ml nhôm SS II amoni SS II (0,5 ml  $\equiv$  0,000 5 % Al).

**R 29.3.7 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	10 %	Axetylen-không khí	422,7

**R 29.3.8 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 sulfuric chuẩn độ tiêu chuẩn,  $c(1/2 H_2SO_4) = 1 \text{ mol/l}$ .

Điện cực làm việc .....	Hg
Điện cực so sánh .....	Ag/AgCl, KCl bão hoà
Điện thế khởi động .....	- 0,75 V
Điện thế pic .....	Cu: + 0,185 V
	Pb: - 0,31 V
Đánh giá .....	Bằng biểu đồ hiệu chuẩn

## TCVN 7764-2 : 2007

### R 29.3.9 Sắt

Lấy 25 ml dung dịch thử (R 29.2), trung hoà bằng dung dịch axit clohydric (25 %) và áp dụng GM 8.1.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 5 ml dung dịch thử (R 29.2) và 1 ml sắt SS II (1 ml  $\approx$  0,000 5 % Fe).

### R 29.3.10 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 %	Oxy-axetylen	766,5

### R 29.3.11 Các chất khử permanganat

Hoà tan 10 g mẫu trong 100 ml nước, thêm 1 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 và để nguội.

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

Thêm 2 g kali iodua (R 25), 20 ml dung dịch axit sulfuric (20 %) và chuẩn độ bằng dung dịch natri thiosulfat chuẩn độ tiêu chuẩn,  $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$ , cho đến khi dung dịch mất màu.

Tại cùng thời điểm thực hiện phép thử trắng, sử dụng cùng lượng thuốc thử (ngoại trừ dung dịch natri thiosulfat chuẩn độ tiêu chuẩn), nhưng không có phần mẫu thử.

Thể tích chuẩn độ được yêu cầu không vượt quá 0,25 ml (sau khi trừ đi phép thử trắng).

**R 30 Natri cacbonat, khan**  
**Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>**

Khối lượng phân tử tương đối: 105,99

**R 30.1 Yêu cầu kỹ thuật**

Thuốc thử (Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> , sau khi sấy khô ở 300 °C), %, không nhỏ hơn .....	99,8
Clorua (Cl), %, không lớn hơn .....	0,002
Phosphat và silicat (tính theo SiO <sub>2</sub> ), %, không lớn hơn .....	0,005
Nitơ tổng (N), %, không lớn hơn .....	0,001
Lưu huỳnh tổng (tính theo SO <sub>4</sub> ), %, không lớn hơn .....	0,005
Nhôm (Al), %, không lớn hơn .....	0,001
Canxi (Ca), %, 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
Magie (Mg), %, không lớn hơn .....	0,002
Kali (K), %, không lớn hơn .....	0,01
Lượng mất sau khi sấy (ở 300 °C), %, không lớn hơn .....	1,0

**R 30.2 Chuẩn bị dung dịch thử**

Hoà tan 20 g mẫu trong 80 ml nước, trung hoà bằng dung dịch axit clohydric (25 %), cho dư 5 ml axit. Đun sôi dung dịch, để nguội và pha loãng đến thể tích 200 ml.

**R 30.3 Phép thử****R 30.3.1 Thuốc thử**

Cân khoảng 2 g mẫu đã sấy khô trước ở 300 °C, chính xác đến 0,000 1 g, và hoà tan trong 50 ml nước.

Cho vào dung dịch này 2 giọt chỉ thị metyl cam (IS 4.3.5\*) và chuẩn độ bằng dung dịch axit clohydric chuẩn độ tiêu chuẩn,  $c(\text{HCl}) = 1 \text{ mol/l}$ .

1,00 ml dung dịch axit clohydric,  $c(\text{HCl}) = 1,000 \text{ mol/l}$ , tương đương với 0,052 995 g Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>.

**R 30.3.2 Clorua**

Hoà tan 1 g mẫu trong 15 ml nước và áp dụng GM 2.

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

**R 30.3.3 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 hỗn hợp và để nguội. Thêm tiếp 5 ml dung dịch hexaamoni heptamolyphden (10 %). Điều chỉnh đến pH 1,8 bằng axit clohydric (R 13) và đun nóng dung dịch đến sôi. Sau khi làm nguội, thêm 10 ml axit clohydric (R 13) và chiết với 50 ml 4-metyl-2-pentanon. Rửa pha hữu cơ bằng dung dịch axit clohydric (0,5 %) và khử bằng 0,2 ml dung dịch thiếc(II) clorua [SnCl<sub>2</sub>.2H<sub>2</sub>O 2 % trong axit clohydric (R 13)]. Làm khô pha hữu cơ bằng natri sulfat khan.

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 ml = 0,005 % SiO<sub>2</sub>).

**R 30.3.4 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 ml = 0,001 % N).

**R 30.3.5 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 cho thêm dư 0,5 ml. Đun sôi dung dịch đến 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 5 ml sulfat SS II (5 ml = 0,005 % SO<sub>4</sub>).

**R 30.3.6 Nhôm**

Lấy 10 ml dung dịch thử II (R 30.2), trung hoà bằng dung dịch amoniac (10 %), thêm 15 ml metanol (R 18) và áp dụng GM 9.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 1 ml nhôm SS II (1 ml = 0,001 % Al).

**R 30.3.7 Canxi 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	10 %	Axetylen-không khí	422,7
Mg			285,2

**R 30.3.8 Kim loại nặng**

Lấy 20 ml dung dịch thử (R 30.2) và áp dụng GM 7.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 2 ml chì SS II (2 ml = 0,000 5 % Pb).

**R 30.3.9 Sắt**

Lấy 20 ml dung dịch thử II (R 30.2) 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 30.3.10 Kali**

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

Nguyên tố	Nồng độ dung dịch	Nguồn lửa	Bước sóng nm
K	Dung dịch thử (R 30.2)	Oxy-axetylen	766,5

**R 30.3.11 Lượng mất sau khi sấy**

Sấy khô 2 g mẫu đến khối lượng không đổi ở 300 °C.

Lượng mất không được vượt quá 20 mg.

**PS 30 Natri cacbonat, tiêu chuẩn cơ bản**  
**Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>**

**Khối lượng phân tử tương đối: 105,988**

**PS 30.1 Yêu cầu kỹ thuật**

Thuốc thử (Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, sau khi sấy khô ở 285 °C), % ..... 99,95 đến 100,05

Giá trị trung bình của thuốc thử phải nằm trong dải từ 99,95 % đến 100,05 % và độ lệch chuẩn phải không được quá ± 0,05 %.

Tất cả các tính chất khác phải phù hợp với yêu cầu kỹ thuật đối với thuốc thử R 30.

**PS 30.2 Phép thử****PS 30.2.1 Chuẩn hoá dung dịch axit clohydric, c(HCl) = 1 mol/l**

Cân, chính xác đến 0,000 1 g, khoảng 1,9 g bạc điện ly (99,995 %) và hoà tan trong 10 ml axit nitric (R 19) bằng cách đun nhẹ. Để nguội và pha loãng bằng nước đến thể tích khoảng 80 ml. Chuẩn độ bằng dung dịch axit clohydric, c(HCl) ≈ 1 mol/l, theo GM 31.2. Sử dụng thiết bị đo điện thế chính xác đến ± 1 mV, buret dung tích 25 ml có vạch chia 0,05 ml và phù hợp với loại A của ISO 385/1. Điều khiển nhiệt độ hiệu chuẩn của buret (ví dụ 20 °C ± 1 °C).

Nồng độ c của dung dịch axit clohydric, tính bằng mol HCl/lít, theo công thức

$$c = \frac{m_1}{0,10787V_1}$$

trong đó

$m_1$  là khối lượng của bạc điện ly đã cân, tính bằng g;

$V_1$  là thể tích của dung dịch axit clohydric sử dụng trong chuẩn độ, tính bằng ml.

Tiến hành mười lần chuẩn độ và tính giá trị trung bình.

**PS 30.2.2 Xác định natri cacbonat**

Sấy khô natri cacbonat ở 285 °C ít nhất trong 2 h, sau đó để natri cacbonat vào bình hút ẩm trong 30 phút.

Cân chính xác đến 0,000 1 g, khoảng 0,93 g natri cacbonat và hoà tan trong 150 ml nước. Sử dụng buret dung tích 25 ml có vạch chia 0,05 ml và phù hợp với loại A của ISO 385/1 để thêm 16,00 ml dung dịch axit clohydric, vừa thêm vừa khuấy và sau đó đun đến sôi. Để nguội, sử dụng buret và

dung dịch axit clohydric cùng loại để chuẩn độ theo GM 31.2. Sử dụng thiết bị đo điện thế trên.  
Điều khiển nhiệt độ hiệu chuẩn của buret (ví dụ  $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ ).

Thuốc thử tinh bằng phần trăm khối lượng  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  theo công thức.

$$\frac{5,2994V_2c}{m_2}$$

trong đó

$V_2$  là tổng thể tích của dung dịch axit clohydric sử dụng trong phép xác định, tính bằng ml;

$c$  là nồng độ của dung dịch axit clohydric đã sử dụng, tính bằng mol HCl/lit;

$m_2$  là khối lượng của natri cacbonat đã cân, tính bằng g.

Tiến hành ít nhất mười phép chuẩn độ và tính giá trị trung bình  $\bar{x}$  và độ lệch chuẩn  $s$  theo các công thức sau.

$$\bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^N x_i}{N}$$

và

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (x_i - \bar{x})^2}{N - 1}}$$

trong đó

$x_i$  là giá trị riêng lẻ

$N$  là số lượng các giá trị được đo.

**R 31 Natri cacbonat decahydrat**  
**Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>.10H<sub>2</sub>O**

Khối lượng phân tử tương đối: 286,14

**R 31.1 Yêu cầu kỹ thuật**

Thuốc thử (Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> .10H <sub>2</sub> O) .....	99 đến 102
Clorua (Cl), %, không lớn hơn .....	0,001
Phosphat và silicat (tính theo SiO <sub>2</sub> ), %, không lớn hơn .....	0,003
Nitơ tổng (N), %, không lớn hơn .....	0,000 5
Lưu huỳnh tổng (tính theo SO <sub>4</sub> ), %, không lớn hơn .....	0,003
Nhôm (Al), %, không lớn hơn .....	0,000 5
Canxi (Ca), %, không lớn hơn .....	0,003
Kim loại nặng (tính theo Pb), %, không lớn hơn .....	0,000 5
Sắt (Fe), %, không lớn hơn .....	0,000 3
Magie (Mg), %, không lớn hơn .....	0,000 3
Kali (K), %, không lớn hơn .....	0,005

**R 31.2 Chuẩn bị dung dịch thử**

Hoà tan 20 g mẫu trong 60 ml nước, trung hoà bằng dung dịch axit clohydric (25 %) và cho dư 2,5 ml axit này. Đun sôi dung dịch, để nguội và pha loãng đến thể tích 100 ml.

**R 31.3 Phép thử****R 31.3.1 Thuốc thử**

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

Cho vào dung dịch này 2 giọt chỉ thị metyl cam (IS 4.3.5') và chuẩn độ bằng dung dịch axit clohydric chuẩn độ tiêu chuẩn,  $c(\text{HCl}) = 1 \text{ mol/l}$ .

1,00 ml dung dịch axit clohydric,  $c(\text{HCl}) = 1,000 \text{ mol/l}$ , tương đương với 0,143 1 g Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>.10H<sub>2</sub>O

**R 31.3.2 Clorua**

Hoà tan 2 g mẫu trong 15 ml nước và áp dụng GM 2.

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



**R 31.3.3 Phosphat và silicat**

Hoà tan 2 g mẫu trong hỗn hợp gồm 80 ml nước và 3 ml dung dịch axit clohydric (25 %). Đun sôi hỗn hợp và để nguội. Thêm tiếp 5 ml dung dịch hexaamoni heptamolyphden (10 %). Điều chỉnh đến pH 1,8 bằng axit clohydric (R 13) và đun nóng dung dịch đến sôi. Sau khi làm nguội, cho thêm 10 ml axit clohydric (R 13) và chiết với 50 ml 4-metyl-2-pentanon. Rửa pha hữu cơ bằng dung dịch axit clohydric (0,5 %) và khử bằng 0,2 ml dung dịch thiếc(II) clorua  $[SnCl_2 \cdot 2H_2O$  2 % pha trong axit clohydric (R 13)]. Làm khô pha hữu cơ bằng natri sulfat khan.

Màu xanh của pha hữu cơ không được đậm hơn màu của dung dịch đối chứng tiêu chuẩn chuẩn bị tương tự, sử dụng 6 ml silicat SS II (6 ml  $\hat{=}$  0,003 %  $SiO_2$ ).

**R 31.3.4 Nitơ tổng**

Hoà tan 4 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 ml  $\hat{=}$  0,000 5 % N).

**R 31.3.5 Lưu huỳnh tổng**

Hoà tan 2 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 cho thêm dư 0,5 ml axit nữa. Đun sôi dung dịch đến 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 6 ml sulfat SS II (6 ml  $\hat{=}$  0,003 %  $SO_4$ ).

**R 31.3.6 Nhôm**

Lấy 10 ml dung dịch thử II (R 31.2), trung hoà bằng dung dịch amoniac (10 %), thêm 15 ml metanol (R 18) và áp dụng GM 9.

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

**R 31.3.7 Canxi 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	10 %	Axetylen-không khí	422,7
Mg			285,2

**R 31.3.8 Kim loại nặng**

Lấy 20 ml dung dịch thử (R 30.2) và áp dụng GM 7.

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

TCVN 7764-2 : 2007

**R 31.3.9 Sắt**

Lấy 15 ml dung dịch thử II (R 31.2) và áp dụng GM 8.1.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 0,9 ml sắt SS II (0,9 ml  $\pm$  0,000 3 % Fe).

**R 31.3.10 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	2 %	Oxy-axetylen	766,5

## R 32 Natri clorua NaCl

Khối lượng phân tử tương đối: 58,44

### R 32.1 Yêu cầu kỹ thuật

Thuốc thử (NaCl), %, 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
Hexacyanoferrat(II) $[Fe(CN)_6]$ , %, không lớn hơn .....	0,000 1
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
Bari (Ba), %, không lớn hơn .....	0,001
Canxi (Ca), %, không lớn hơn .....	0,002
Kim loại nặng (tính theo Pb), %, không lớn hơn .....	0,000 5
Sắt (Fe), %, không lớn hơn .....	0,000 2
Magie (Mg), %, không lớn hơn .....	0,002
Kali (K), %, không lớn hơn .....	0,01

### R 32.2 Chuẩn bị dung dịch thử

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

### R 32.3 Phép thử

#### R 32.3.1 Thuốc thử

Cân khoảng 0,2 g mẫu, chính xác đến 0,000 1 g, và hoà tan trong 50 ml nước.

Thêm vào dung dịch này 1 ml axit nitric (R 19) và 30,0 ml dung dịch bạc nitrat chuẩn độ tiêu chuẩn,  $c(AgNO_3) = 0,1 \text{ mol/l}$ . Chuẩn độ điện thế bằng dung dịch bạc nitrat chuẩn độ tiêu chuẩn,  $c(AgNO_3) = 0,1 \text{ mol/l}$ , sử dụng điện cực Ag-Ag/Cl.

1,00 ml dung dịch bạc nitrat,  $c(AgNO_3) = 0,1 \text{ mol/l}$ , tương đương với 0,005 844 g NaCl.

### R 32.3.2 pH

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

### R 32.3.3 Iodua

Hoà tan 11 g mẫu bằng 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 ml  $\hat{=}$  0,01 % Br), và 2 ml iodua SS I (2 ml  $\hat{=}$  0,002 % I) trong phễu chiết khác.

Thêm 10 ml cacbon tetraclorua vào phễu chiết có chứa dung dịch mẫu và dung dịch đối chứng tiêu chuẩn và lắc trong 1 phút.

Màu hồng trong pha hữu cơ ở phễu chiết chứa dung dịch mẫu không được đậm hơn màu của pha hữu cơ ở phễu chiết chứa đối chứng tiêu chuẩn.

Cất giữ cả hai dung dịch cho phép thử trong R 32.3.4.

### R 32.3.4 Bromua

Loại bỏ pha hữu cơ của các dung dịch thu được trong R 32.3.3, và rửa dung dịch nước 2 lần với 10 ml cacbon tetraclorua. Cho 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 tetraclorua và lắc trong 1 phút.

Màu vàng-xanh trong pha hữu cơ ở phễu chiết chứa dung dịch mẫu không được đậm hơn pha hữu cơ ở phễu chiết chứa đối chứng tiêu chuẩn.

### R 32.3.5 Hexacyanoferrat(II)

Hoà tan 3,5 g mẫu trong 12 ml nước, thêm 0,2 ml dung dịch axit sulfuric (20 %) và 0,2 ml hỗn hợp sắt(II)/sắt(III) (RS 4.2.9'), lắc kỹ và để yên trong 2 phút. Thêm 1 ml natri dihydro phosphat (RS 4.2.16') và để yên trong 30 phút.

Màu xanh của dung dịch thu được không được đậm hơn màu của dung dịch đối chứng tiêu chuẩn có chứa 1 g mẫu và 2,5 ml hexacyanoferrat(II) SS III [2,5 ml  $\hat{=}$  0,000 1 %  $\text{Fe}(\text{CN})_6$ ].

### R 32.3.6 Phosphat

Lấy 50 ml dung dịch thử (R 32.2), cho 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 ml  $\hat{=}$  0,000 5 %  $\text{PO}_4$ ).

### R 32.3.7 Sulfat

Lấy 20 ml dung dịch thử (R 32.2) và áp dụng GM 3.

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

**R 32.3.8 Nitơ tổng**

Lấy 20 ml dung dịch thử (R 32.2) và áp dụng GM 6.

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

**R 32.3.9 Các kim loại nặng**

Lấy 40 ml dung dịch thử II (R 32.2) và áp dụng GM 7.

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

**R 32.3.10 Sắt**

Lấy 20 ml dung dịch thử II (R 32.2) và áp dụng GM 8.1.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 4 ml sắt SS II (4 ml  $\hat{=}$  0,000 2 % Fe).

**R 32.3.11 Bari**

Trộn 0,25 ml dung dịch bari clorua dihydrat [ $BaCl_2 \cdot 2H_2O$  0,02 % trong etanol 30 % (theo thể tích)] và 1 ml dung dịch natri sulfat decahydrat ( $Na_2SO_4 \cdot 10H_2O$  40 %) (dung dịch tạo mắmg). Sau chính xác 1 phút, cho vào hỗn hợp này 20 ml dung dịch thử (R 32.2) đã được axit hoá trước bằng 0,5 ml dung dịch axit clohydric (25 %) và để yên trong 15 phút.

Độ đục bất kỳ không được đục hơn dung dịch đối chứng tiêu chuẩn được chuẩn bị tương tự, sử dụng 2 ml bari SS II (2 ml  $\hat{=}$  0,001 % Ba).

**R 32.3.12 Canxi 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	10 %	Không khí-axetylen	422,7
Mg			285,2

**R 32.3.13 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	10 %	Oxy-axetylen	766,5

## R 33 Dinatri hydrophosphat dodecahydrat

### $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$

Khối lượng phân tử tương đối: 358,14

#### R 33.1 Yêu cầu kỹ thuật

Thuốc thử ( $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ ) .....	99 đến 102
pH (dung dịch 5 %): 9 đến 9,4	
Clorua (Cl), %, không lớn hơn .....	0,001
Sulfat ( $\text{SO}_4$ ), %, 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 .....	0,000 5
Kali (K), %, không lớn hơn .....	0,01

#### R 33.2 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 33.3 Phép thử

##### R 33.3.1 Thuốc thử

Cân khoảng 10 g mẫu, chính xác đến 0,000 1 g, và hoà tan trong 200 ml nước không có carbon dioxide. Chuẩn độ điện thế với dung dịch axit sulfuric chuẩn độ tiêu chuẩn,  $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4) = 1 \text{ mol/l}$ , đến pH 4,4, sử dụng điện cực chỉ thị thủy tinh.

1,00 ml dung dịch axit sulfuric,  $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4) = 1,000 \text{ mol/l}$ , tương đương với 0,358 14 g  $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ .

##### R 33.3.2 pH

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

##### R 33.3.3 Clorua

Lấy 10 ml dung dịch thử (R 33.2) và áp dụng GM 2.

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

##### R 33.3.4 Sulfat

Lấy 20 ml dung dịch thử (R 33.2), trung hoà bằng dung dịch axit clohydric (25 %) và áp dụng GM 3.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 10 ml sulfat SS II ( $10 \text{ ml} \hat{=} 0,005 \% \text{ SO}_4$ ).

**R 33.3.5 Nitơ tổng**

Lấy 10 ml dung dịch thử (R 33.2) và áp dụng GM 6.

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

**R 33.3.6 Các kim loại nặng**

Hoà tan 6 g mẫu trong 15 ml dung dịch axit clohydric (10 %) và pha loãng đến thể tích 30 ml.

Lấy 20 ml dung dịch, điều chỉnh đến pH 4 và áp dụng GM 7.

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

**R 33.3.7 Sắt**

Pha loãng 40 ml dung dịch thử (R 33.2) bằng 20 ml nước, thêm 3 ml dung dịch axit clohydric (25 %), đun sôi trong 5 phút, sau đó thêm tiếp 2 ml dung dịch 5-sulfosalicylic (20 %) và 5 ml dung dịch amoniac (R 3).

Màu vàng của dung dịch thu được không được đậm hơn màu của dung dịch đối chứng tiêu chuẩn được chuẩn bị tương tự, sử dụng 2 ml sắt SS II (2 ml  $\hat{=}$  0,000 5 % Fe).

**R 33.3.8 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	1 %	Oxy-axetylen	766,5

## R 34 Natri hydroxit NaOH

Khối lượng phân tử tương đối: 40,00

### R 34.1 Yêu cầu kỹ thuật

Thuốc thử (NaOH), %, không nhỏ hơn .....	98
Carbonat (tính theo $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ), %, không lớn hơn .....	1
Clorua (Cl), %, không lớn hơn .....	0,005
Phosphat ( $\text{PO}_4$ ), %, không lớn hơn .....	0,001
Silicat (tính theo $\text{SiO}_2$ ), %, không lớn hơn .....	0,01
Sulfat ( $\text{SO}_4$ ), %, không lớn hơn .....	0,005
Nitơ tổng (N), %, không lớn hơn .....	0,001
Nhôm (Al), %, không lớn hơn .....	0,002
Arsen (As), %, không lớn hơn .....	0,000 1
Canxi (Ca), %, không lớn hơn .....	0,002
Sắt (Fe), %, không lớn hơn .....	0,001
Chì (Pb), %, không lớn hơn .....	0,001
Magie (Mg), %, không lớn hơn .....	0,000 05
Niken (Ni), %, không lớn hơn .....	0,001
Kali (K), %, không lớn hơn .....	0,05
Kẽm (Zn), %, không lớn hơn .....	0,001

### R 34.2 Chuẩn bị dung dịch thử

#### R 34.2.1 Dung dịch thử I

Hoà tan 50 g mẫu trong khoảng 200 ml nước vào cốc polyetylen và pha loãng đến thể tích 250 ml. Bảo quản dung dịch này trong chai polyetylen.

#### R 34.2.2 Dung dịch thử II

Trung hoà 100,0 ml dung dịch thử I (R 34.2.1) trong cốc polyetylen bằng axit clohydric (R 13), giữ hỗn hợp lạnh, và pha loãng đến thể tích 200 ml.

### R 34.3 Phép thử

#### R 34.3.1 Thuốc thử

Cân khoảng 1,7 g mẫu, chính xác đến 0,000 1 g và hoà tan trong 50 ml nước không có cacbon đioxit.



Thêm vào dung dịch này 2,0 ml dung dịch bari clorua đihydrat (10 %) và 2 giọt chỉ thị phenolphthalein (IS 4.3.9\*), chuẩn độ bằng dung dịch axit clohydric chuẩn độ tiêu chuẩn,  $c(\text{HCl}) = 1 \text{ mol/l}$ , cho đến khi dung dịch trở nên không màu.

1,00 ml dung dịch axit clohydric,  $c(\text{HCl}) = 1.000 \text{ mol/l}$ , tương đương với 0,040 0 g NaOH.

Đối với phép thử R 34.3.2 sử dụng dung dịch đã trung hoà.

#### R 34.3.2 Cacbonat

Cho 1 ml chỉ thị bromphenol xanh (IS 4.3.2') vào dung dịch trung hoà được giữ lại trong phép thử R 34.3.1, và chuẩn độ dung dịch này bằng dung dịch axit clohydric chuẩn độ tiêu chuẩn,  $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$ , đến khi dung dịch chuyển từ màu xanh sang màu vàng.

1,00 ml dung dịch axit clohydric,  $c(\text{HCl}) = 0,100 \text{ mol/l}$ , tương đương với 0,005 3 g  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ .

#### R 34.3.3 Clorua

Lấy 10 ml dung dịch thử I (R 34.2.1), trung hoà bằng dung dịch axit nitric (10 %) và áp dụng GM 2.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 10 ml clorua SS II (10 ml  $\cong$  0,005 % Cl).

#### R 34.3.4 Phosphat

Lấy 50 ml dung dịch thử II (R 34.2.2) và áp dụng GM 4.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 5 ml phosphat SS II (5 ml  $\cong$  0,001 %  $\text{PO}_4$ ).

#### R 34.3.5 Silicat

Lấy 10 ml dung dịch thử II (R 34.2.2) và áp dụng GM 5.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 10 ml silicat SS II (10 ml  $\cong$  0,01 %  $\text{SiO}_2$ ).

#### R 34.3.6 Sulfat

Lấy 25 ml dung dịch thử II (R 34.2.2) và áp dụng GM 3.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 12,5 ml sulfat SS II (12,5 ml  $\cong$  0,005 %  $\text{SO}_4$ ).

#### R 34.3.7 Nitơ tổng

Lấy 25 ml dung dịch thử I (R 34.2.1) và áp dụng GM 6.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 5 ml nitơ SS II (5 ml  $\cong$  0,001 % N).

#### R 34.3.8 Nhôm

Lấy 10 ml dung dịch thử II (R 34.2.2) và áp dụng GM 9.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 2 ml nhôm SS II (2 ml  $\cong$  0,002 % Al).

**TCVN 7764-2 : 2007****R 34.3.9 Arsen**

Lấy 50 ml dung dịch thử II (R 34.2.2) 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 1 % As).

**R 34.3.10**

Lấy 20 ml dung dịch thử II (R 34.2.2) và áp dụng GM 8.1.

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

**R 34.3.11 Canxi, chì, magie, niken 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
Ca	10 %	Axetylen-không khí	422,7
Mg			285,2
Ni			232,0 hoặc 352,5
Pb	4 % Sử dụng dung môi chiết trong GM 35		217,0 hoặc 283,3
Zn	10 %		213,9

**R 34.3.12 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	1 %	Oxy-axetylen	766,5

**R 35 Natri sulfat, khan**  
**Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>**

Khối lượng phân tử tương đối: 142,04

**R 35.1 Yêu cầu kỹ thuật**

Thuốc thử (Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> ), %, không nhỏ hơn .....	99
pH (dung dịch 5 %): 5 đến 8	
Clorua (Cl), %, không lớn hơn .....	0,001
Sulfat (SO <sub>4</sub> ), %, không lớn hơn .....	0,002
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 .....	0,001
Sắt (Fe), %, không lớn hơn .....	0,000 5
Kali (K), %, không lớn hơn .....	0,01
Lượng mất sau khi nung (ở 600 °C), %, không lớn hơn .....	0.5

**R 35.2 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 35.3 Phép thử****R 35.3.1 Thuốc thử**

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

Cho dung dịch nước đi qua cột trao đổi anion (kiềm mạnh), rửa cột bằng nước cho đến khi nước rửa giải phản ứng trung hoà với quỳ, chuẩn độ nước rửa giải bằng dung dịch axit clohydric chuẩn độ tiêu chuẩn,  $c(\text{HCl}) = 0,5 \text{ mol/l}$ , sử dụng chỉ thị metyl da cam (IS 4.3.5\*).

1,00 ml dung dịch axit clohydric,  $c(\text{HCl}) = 0,500 \text{ mol/l}$ , tương đương với 0,035 51 g Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.

**R 35.3.2 pH**

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

**R 35.3.3 Clorua**

Lấy 20 ml dung dịch thử (R 35.2) và áp dụng GM 2.

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

**R 35.3.4 Phosphat**

Lấy 20 ml dung dịch thử (R 35.2) và áp dụng GM 4.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 4 ml phosphat SS II (4 ml  $\hat{=}$  0,002 % PO<sub>4</sub>).

**R 35.3.5 Nitơ tổng**

Lấy 40 ml dung dịch thử (R 35.2) và áp dụng GM 6.

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

**R 35.3.6 Canxi**

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

Nguyên tố	Nồng độ dung dịch	Ngon lửa	Vạch cộng hưởng nm
Ca	4 %	Không khí-axetylen	422.7

**R 35.3.7 Các kim loại nặng**

Lấy 20 ml dung dịch thử (R 35.2) và áp dụng GM 7.

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

**R 35.3.8 Sắt**

Lấy 20 ml dung dịch thử (R 35.2) 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 35.3.9 Kali**

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

Nguyên tố	Nồng độ dung dịch	Ngon lửa	Vạch cộng hưởng nm
K	4 %	Oxy-axetylen	766.5

**R 35.3.10 Lượng mất sau khi nung**

Nung 2 g mẫu ở 600 °C đến khối lượng không đổi.

Lượng mất không được vượt quá 10 mg.

**R 36 Natri thiosulfat pentahydrat**  
 **$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$**

Khối lượng phân tử tương đối: 248,18

**R 36.1 Yêu cầu kỹ thuật**

Thuốc thử ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ), %, không nhỏ hơn .....	99,0
pH (dung dịch 5 %): 5,5 đến 7,5	
Clorua (Cl), %, không lớn hơn .....	0,02
Sulfat và sulfit (tính theo $\text{SO}_4$ ), %, không lớn hơn .....	0,1
Sulfua (S), %, không lớn hơn .....	0,000 25
Nitơ tổng (N), %, không lớn hơn .....	0,005
Canxi (Ca), %, không lớn hơn .....	0,003
Sắt (Fe), %, không lớn hơn .....	0,000 5
Chì (Pb), %, không lớn hơn .....	0,000 5
Magie (Mg), %, không lớn hơn .....	0,001

**R 36.2 Phép thử**

**R 36.2.1 Thuốc thử**

Cân khoảng 1 g mẫu, chính xác đến 0,000 1 g, và hoà tan trong 30 ml nước. Chuẩn độ với dung dịch iot chuẩn độ tiêu chuẩn,  $c(1/2 \text{I}_2) = 0,1 \text{ mol/l}$ , sử dụng chỉ thị tinh bột (IS 4.3.11').

1,00 ml dung dịch iot,  $c(1/2 \text{I}_2) = 0,100 \text{ mol/l}$ , tương đương với 0,024 82 g  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ .

**R 36.2.2 pH**

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

**R 36.2.3 Clorua**

Hoà tan 0,2 g mẫu trong 5 ml nước, thêm 1 ml dung dịch amoniac (10 %) và thêm từ từ từng giọt 2 ml hydro peroxit (R 14). Làm bay hơi đến khô cạn ở 100 °C, để nguội, hoà tan cạn trong 20 ml nước và áp dụng GM 2.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 4 ml clorua SS II (4 ml  $\equiv$  0,02 % Cl).

**R 36.3.4 Sulfat và sulfit**

Hoà tan 0,1 g mẫu trong 10 ml nước, thêm 0,1 ml dung dịch iot chuẩn độ tiêu chuẩn,  $c(1/2 \text{I}_2) = 0,1 \text{ mol/l}$ , cho đến khi dung dịch có màu vàng nhạt, pha loãng đến thể tích 20 ml và áp dụng GM 3.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 10 ml sulfat SS II (10 ml  $\equiv$  0,1 %  $\text{SO}_4$ ).

**TCVN 7764-2 : 2007**

**R 36.2.5 Sulfua**

Hoà tan 2 g mẫu trong 20 ml nước và cho thêm 0,3 ml chỉ axetat gốc (RS 4.2.10').

Màu đậm của dung dịch thu được không được sẫm hơn màu của dung dịch đối chứng tiêu chuẩn được chuẩn bị tương tự, sử dụng 0,5 ml sulfua SS II (0,5 ml  $\hat{=}$  0,000 25 % S).

**R 36.3.6 Nitơ tổng**

Hoà tan 1,5 g mẫu trong 10 ml nước, thêm 5 ml dung dịch axit sulfuric (50 %) và đun sôi trong 5 phút. Để nguội, lọc và rửa phần lọc bằng nước cho đến khi thể tích của phần lọc và phần rửa là 30 ml. Lấy 20 ml dung dịch và áp dụng GM 6.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 5 ml nitơ SS II (5 ml  $\hat{=}$  0.005 % N).

**R 36.3.7 Canxi, sắt, chì và magie**

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

Nguyên tố	Nồng độ dung dịch	Ngon lửa	Vạch công hưởng nm
Ca	10 %	Axetylen-không khí	422,7
Fe	4 %		248,3
Pb	Sử dụng dung môi chiết trong GM 35		217,0 hoặc 283,3
Mg	10 %		285,2

**R 36.3.7 Các kim loại nặng**

Lấy 20 ml dung dịch thử (R 36.2) và áp dụng GM 7.

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

## R 37 Axit sulfuric $H_2SO_4$

Khối lượng phân tử tương đối: 98,08

### R 37.1 Yêu cầu kỹ thuật

Màu theo đơn vị Hazen, không lớn hơn .....	10
Thuốc thử ( $H_2SO_4$ ), %, không nhỏ hơn .....	95 <sup>1)</sup>
Clorua (Cl), %, không lớn hơn .....	0,000 1
Nitrat và nitrit (tính theo $NO_3$ ), %, không lớn hơn .....	0,000 02
Amoni ( $NH_4$ ), %, không lớn hơn .....	0,000 2
Arsen (As), %, không lớn hơn .....	0,000 005
Đồng (Cu), %, không lớn hơn .....	0,000 01
Sắt (Fe), %, không lớn hơn .....	0,000 05
Chì (Pb), %, không lớn hơn .....	0,000 05
Các chất khử permanganat (tính theo $SO_2$ ), %, không lớn hơn .....	0,000 5
Cặn sau nung (ở 650 °C), %, không lớn hơn .....	0,001

### R 37.2 Chuẩn bị dung dịch thử

Cho 200 g (109 ml) mẫu thử vào đĩa platin, thêm 0,1 g natri cacbonat khan (R 30) và gia nhiệt hỗn hợp đến nhiệt độ  $650\text{ }^\circ\text{C} \pm 50\text{ }^\circ\text{C}$  trong tủ hút cho đến khi ngưng khói. Cho vào cặn 1 giọt hoặc 2 giọt axit clohydric (R 13) và pha loãng với nước đến thể tích 100 ml.

### R 37.3 Phép thử

#### R 37.3.1 Màu theo đơn vị Hazen

Áp dụng GM 36.

#### R 37.3.2 Thuốc thử

Cân, chính xác đến 0,000 1 g, ampun thủy tinh mỏng có dung tích thích hợp với một đầu gắn ống mao quản.

<sup>1)</sup> Axit sulfuric với nồng độ khác có sẵn trên thị trường cũng phù hợp với yêu cầu kỹ thuật trên.

## TCVN 7764-2 : 2007

Cho vào ampun khoảng 1 ml mẫu, và sử dụng kỹ thuật gia nhiệt để gắn kín ampun và cân chính xác đến 0,000 1 g.

Tính độ chênh lệch khối lượng của phần mẫu thử. Cho ampun vào bình nón 250 ml có chứa 100 ml nước, đậy bình bằng nút thủy tinh nhám. Lắc bình để làm vỡ ampun, để yên trong 2 phút đến 3 phút. Sau đó mở bình, rửa sạch nút và nghiêng kỹ ampun bị vỡ bằng đĩa thủy tinh. Chuẩn độ dung dịch bằng dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn natri hydroxit,  $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/l}$ , sử dụng chỉ thị metyl đỏ (IS 4.3.6').

1,00 ml dung dịch natri hydroxit,  $c(\text{NaOH}) = 1,000 \text{ mol/l}$ , tương đương với 0,049 04 g  $\text{H}_2\text{SO}_4$ .

### R 37.3.3 Clorua

Cho 40 ml nước vào cốc dung tích 200 ml, làm mát trong bồn nước đá, từ từ thêm 25 g (13,6 ml) mẫu, khuấy mạnh và áp dụng GM 2.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 2,5 ml clorua SS II ( $2,5 \text{ ml} \hat{=} 0,000 1 \% \text{ Cl}$ ).

### R 37.3.4 Nitrat và Nitrit

Lấy 15 ml nước vào bình nón dung tích 50 ml, làm mát trong bồn nước đá, thêm liên tục 50 g (27 ml) mẫu trong khi khuấy. Sau đó thêm 0,2 ml dung dịch bruxin [5 % trong axit axetic (R 1)] và khuấy đều.

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 1 ml nitrat SS II ( $1 \text{ ml} \hat{=} 0,000 02 \% \text{ NO}_3$ ) và 50 ml axit sulfuric không có nitrat.<sup>2)</sup>

### R 37.3.5 Amoni

Cẩn thận thêm 10 g (5,4 ml) mẫu vào 30 ml nước, vừa thêm vừa khuấy đều. Để nguội, trung hoà bằng dung dịch natri hydroxit (32 %), sử dụng giấy chỉ thị màu và áp dụng GM 10.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 2 ml amoni SS II ( $2 \text{ ml} \hat{=} 0,000 2 \% \text{ NH}_4$ ).

### R 37.3.6 Arsen

Cẩn thận thêm 20 g (10,9 ml) mẫu vào 50 ml nước, vừa thêm vừa khuấy đều và pha loãng đến thể tích 100 ml. Để nguội và áp dụng GM 11.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 1 ml arsen SS III ( $1 \text{ ml} \hat{=} 0,000 005 \% \text{ As}$ ).

### R 37.3.7 Đồng và chì

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

---

<sup>2)</sup> Axit sulfuric không có nitrat giữ nguyên không màu khi thử theo qui trình này.



Nguyên tố	Nồng độ dung dịch	Ngọn lửa	Vạch cộng hưởng nm
Cu	Dung dịch thử (R 37.2)	Axetylen-không khí	422,7
Pb			217,0 hoặc 283,3

**R 37.3.8 Sắt**

Lấy 20 ml dung dịch thử (R 37.2) và áp dụng GM 8.1.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 2 ml sắt SS li (2 ml  $\hat{=}$  0,000 05 % Fe).

**R 37.3.9 Các chất khử permanganat**

Lấy 90 ml nước vào bình nón, làm nguội trong bồn nước đá, thêm từ từ 64 g (35 ml) mẫu (mỗi lần khoảng 5 ml), vừa thêm vừa khuấy đều dung dịch. Chú ý giữ nhiệt độ dưới 35 °C. Khi dung dịch được làm nguội xuống 15 °C đến 20 °C, thêm 0,1 ml dung dịch kali permanganat chuẩn độ tiêu chuẩn,  $c(1/5 \text{ KMnO}_4) = 0,1 \text{ mol/l}$  và khuấy.

Màu hồng của dung dịch bền trong 2 phút.

**R 37.3.10 Cận sau nung**

Lấy 100 g (54 ml) mẫu vào đĩa platin đã được trừ bi. Đun nhẹ trên bếp điện cho đến khi ngưng bốc khói. Nung đĩa và mẫu ở nhiệt độ 650 °C  $\pm$  50 °C trong 15 phút. Lấy ra, làm nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng và cân.

Khối lượng của cặn không được vượt quá 1 mg.

---

**R 38 Thiếc(II) clorua dihydrat**  
**SnCl<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O**

---

Khối lượng phân tử tương đối: 225,63

**R 38.1 Yêu cầu kỹ thuật**

Thuốc thử (SnCl <sub>2</sub> ·2H <sub>2</sub> O), %, không nhỏ hơn .....	97
Sulfat (SO <sub>4</sub> ), %, không lớn hơn .....	0,005
Arsen (As), %, không lớn hơn .....	0,000 2
Đồng (Cu), %, không lớn hơn .....	0,002
Sắt (Fe), %, không lớn hơn .....	0,003
Chì (Pb), %, không lớn hơn .....	0,005
Các chất không bị kết tủa bởi	
hydro sulfua (tính theo sulfat), %, không lớn hơn .....	0,05

**R 38.2 Chuẩn bị dung dịch thử**

Hoà tan 10 g mẫu trong nước, thêm 5 ml axit clohydric (R 13) để làm trong dung dịch và pha loãng đến thể tích 50 ml.

**R 38.3 Phép thử****R 38.3.1 Thuốc thử**

Cân khoảng 0,4 g mẫu, chính xác đến 0,000 1 g, vào bình nón dung tích 250 ml (khô). Ngay lập tức thêm vào 50 ml dung dịch axit clohydric chuẩn độ tiêu chuẩn,  $c(\text{HCl}) = 0,2 \text{ mol/l}$ , lắc từ 4 giây đến 5 giây. Thêm tiếp 5 g kali natri tartrat tetrahydrat (R 27) và 3 g natri hydro carbonat. Chuẩn độ ngay bằng dung dịch iot chuẩn độ tiêu chuẩn,  $c(1/2 \text{I}_2) = 0,1 \text{ mol/l}$ , sử dụng chỉ thị tinh bột (IS 4.3.11').

1,00 ml dung dịch iot,  $c(1/2 \text{I}_2) = 0,100 \text{ mol/l}$ , tương đương với 0,011 28 g SnCl<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O.

**R 38.3.2 Sulfat**

Lấy 10 ml dung dịch thử (R 38.2) và áp dụng GM 3.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 10 ml sulfat SS II (10 ml  $\hat{=}$  0,005 % SO<sub>4</sub>).

**R 38.3.3 Arsen**

Hoà tan 1 g mẫu trong 5 ml axit clohydric (R 13) và 30 ml nước 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 38.3.4 Đồng, sắt và chì**

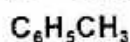
Xác định nguyên tố này bằng AAS theo GM 29, sử dụng các điều kiện sau:

Nguyên tố	Nồng độ dung dịch	Ngọn lửa	Vạch cộng hưởng nm
Cu	Dung dịch 2 % của mẫu trong dung dịch axit clohydric 36,5 g/l	Axetylen-không khí	324,7
Fe			248,3
Pb			217,0 hoặc 283,3

**R 38.3.5 Các chất không bị kết tủa bởi hydro sulfua**

Lấy 20 ml dung dịch thử (R 38.2), thêm 80 ml nước và sục hydro sulfua qua dung dịch để kết tủa thiếc. Lọc bỏ kết tủa (không rửa cặn) và làm bay hơi 50 ml phần dung dịch lọc trong đĩa sứ đã biết trước khối lượng đến thể tích khoảng 2 ml đến 3 ml. Thêm 0,1 ml axit sulfuric (R 37), làm bay hơi đến khô cạn, nung ở nhiệt độ  $600\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$  trong 15 phút, để nguội và cân lại.

Khối lượng cặn không vượt quá 1 mg.

**R 39 Toluen**

Khối lượng phân tử tương đối: 92,14

**R 39.1 Yêu cầu kỹ thuật**

Khối lượng riêng, g/ml .....	0,865 đến 0,869
Thuốc thử ( $C_6H_5CH_3$ ), %, 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
Độ kiềm (tính bằng milimol $OH^-$ ), không lớn hơn .....	0,06/100 g
Các chất dễ bị cacbon hoá .....	đạt
Hợp chất lưu huỳnh (tính theo S), %, không lớn hơn .....	0,003
Các chất đồng đẳng thiophen (tính theo $C_2H_4S$ ) .....	đạt
Nước, %, không lớn hơn .....	0,05

**R 39.2 Phép thử****R 39.2.1 Khối lượng riêng**

Áp dụng GM 24.1.

**R 39.2.2 Thuốc thử**

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

Pha tĩnh .....	20 % Cacbowax 400
Chất mang .....	Chromosorb W [0,18 mm đến 0,25 mm (60 mesh đến 80 mesh ASTM)]
Chiều dài cột, m .....	2
Đường kính trong của cột, mm .....	5
Vật liệu cột .....	Thép không gỉ
Nhiệt độ cột, °C .....	80
Nhiệt độ bơm, °C .....	160
Nhiệt độ detector, °C .....	160
Kiểu detector .....	Dẫn nhiệt
Khí mang .....	Heli
Tốc độ dòng, ml/min .....	30
Phần mẫu thử, $\mu$ l .....	5

**R 39.2.3** 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 39.2.4** Độ axit hoặc độ kiềm

Lấy 43 g (50 ml) mẫu và áp dụng GM 13.2. chuẩn độ bằng dung dịch natri hydroxit chuẩn độ tiêu chuẩn,  $c(\text{NaOH}) = 0,01 \text{ mol/l}$ , hoặc 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 phenol đỏ (IS 4.3.10').

Trong trường hợp axit, thể tích chuẩn độ không được vượt quá 0,7 ml, trong trường hợp kiềm thể tích chuẩn độ không được vượt quá 1,3 ml.

**R 39.2.5** Các chất dễ bị cacbon hoá

Lắc 12,9 g (15 ml) mẫu với 5 ml axit sulfuric (95,4 % ± 0,5 %) trong 15 giây đến 20 giây, để yên trong 15 phút.

Lớp toluen phía trên phải là không màu và màu của lớp axit phía dưới không được vượt quá màu của dung dịch tiêu chuẩn đã mô tả trong GM 18 có chứa 5 g coban(II) clorua hexahydrat, 40 g sắt(III) clorua hexahydrat và 20 ml axit clohydric (R 13) trong 1 lít.

**R 39.2.6** Hợp chất lưu huỳnh

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

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn, sử dụng 6 ml lưu huỳnh SS II (6 ml ± 0,003 % S).

**R 39.2.7** Các chất đồng đẳng thiophen

Cẩn thận thêm vào 5 ml mẫu để tạo thành một lớp tách biệt trên 5 ml chỉ thị isatin (IS 4.3.4') trong ống thử sạch, khô và để yên trong 1 h.

Trên bề mặt tiếp xúc giữa hai chất lỏng không được có màu xanh lá cây hoặc màu xanh da trời.

**R 39.2.8** Nước

Lấy 8,6 g (10 ml) mẫu và áp dụng GM 12, sử dụng 20 ml metanol (R 18) làm dung môi.

**R 40 Kẽm**  
**Zn**

Khối lượng phân tử tương đối: 65,38

**R 40.1 Yêu cầu kỹ thuật**

Arsen (As), %, không lớn hơn ..... 0,000 01

Sắt (Fe), %, không lớn hơn ..... 0,01

Chì (Pb), %, không lớn hơn ..... 0,01

Mô tả: Kim loại ở dạng que, các miếng kết thành hạt hoặc viên, nhưng không phải là bụi

**R 40.2 Phép thử****R 40.2.1 Arsen**

Thực hiện phép thử theo GM 11, nhưng sử dụng thiết bị mô tả trong Hình 1, và theo qui trình sau:

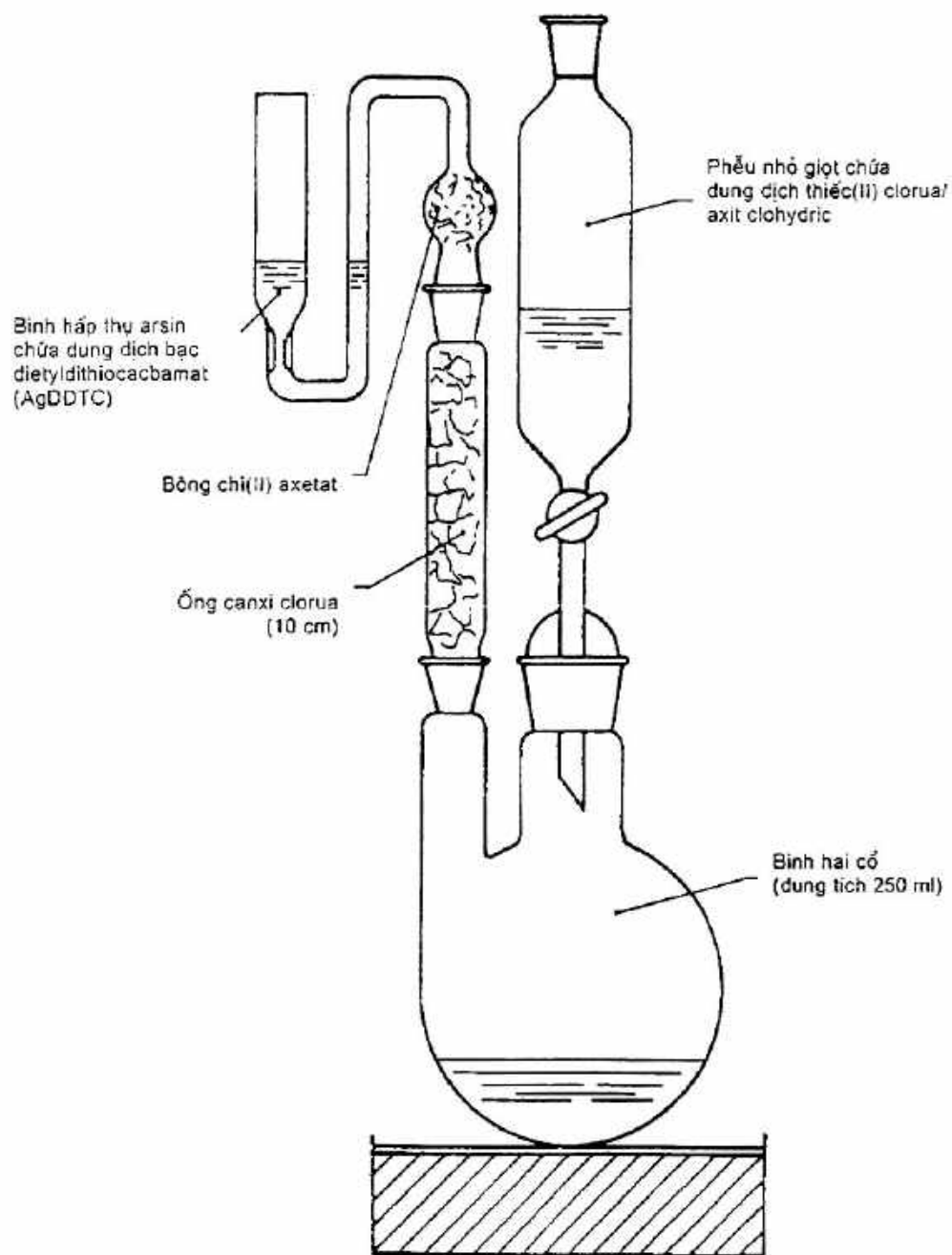
Cho 15 g mẫu vào bình định mức. Cho 120 ml dung dịch thiếc(II) clorua [ $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  0,4 % pha trong axit clohydric (R 13)] vào phễu nhỏ giọt. Thêm từ từ từng giọt dung dịch này vào bình định mức, cho đến khi sự giải phóng mạnh hydro giảm xuống. Sau đó tiếp tục cho thêm với tốc độ như vậy để đảm bảo tốc độ giải phóng hydro đạt ổn định. Cách tiến hành này mất khoảng 1 h.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn theo cách tương tự, nhưng cho 1 ml arsen SS III (có chứa 1  $\mu\text{g}$  As) và 5 g mẫu vào bình định mức và cho thêm từ phễu nhỏ giọt, 120 ml dung dịch thiếc(II) clorua (1 ml  $\hat{=}$  0,000 01 % As).

**R 40.2.2 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 (trong dung dịch axit nitric 315 g/l)	Ngọn lửa	Vạch cộng hưởng nm
Fe	1 %	Axetylen-không khí	248,3
Pb	10 %		217,0 hoặc 283,3



Hình 1 – Thiết bị để xác định hàm lượng arsen trong kẽm