

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 7764-1 : 2007

ISO 6353-1 : 1982

Xuất bản lần 1

**THUỐC THỬ DÙNG TRONG PHÂN TÍCH HOÁ HỌC –
PHẦN 1: PHƯƠNG PHÁP THỬ CHUNG**

*Reagents for chemical analysis –
Part 1: General test methods*

Mục lục

1	Phạm vi áp dụng	7
2	Tài liệu viện dẫn	7
3	Qui định chung	8
4	Dung dịch sử dụng trong phương pháp thử	9
4.1	Dung dịch tiêu chuẩn (SS)	9
4.2	Dung dịch thuốc thử (RS)	11
4.3	Dung dịch chỉ thị (IS)	14
5	Phương pháp thử chung (GM)	16
GM 1	Tạp chất không tan trong nước	16
GM 2	Clorua	16
GM 3	Sulfat	16
GM 4	Phosphat	16
GM 5	Silicat	16
GM 6	Nitơ tổng	16
GM 7	Kim loại nặng (tính theo Pb)	17
GM 8	Sắt	17
GM 8.1	Phương pháp 1,10-Phenanthrolin	17
GM 8.2	Phương pháp Bathophenanthrolin	17
GM 9	Nhôm	17
GM 10	Amoniac	18
GM 11	Arsen	18
GM 12	Nước – Phương pháp Karl Fischer	19
GM 13	Độ axit và độ kiềm	19
GM 13.1	của sản phẩm dạng lỏng trộn lẫn được với nước	19
GM 13.2	của sản phẩm dạng lỏng không trộn lẫn được với nước	19
GM 14	Cặn còn lại sau khi bay hơi	20
GM 15	Cặn còn lại sau khi nung	20
GM 16	Tro sulfat trong các sản phẩm dạng rắn	20
GM 17	Tro sulfat trong các sản phẩm dạng lỏng	20

GM 18	Các chất dễ bị cacbon hoá	21
GM 19	Các chất khử permanganat	22
GM 19.1	Phương pháp trực tiếp	22
GM 19.2	Phương pháp gián tiếp	22
GM 20	Aldehyt	23
GM 21	Hợp chất lưu huỳnh	23
GM 22	Oxalat	23
GM 23	Hợp chất cacbonyl	23
GM 24	Đo khối lượng riêng	23
GM 24.1	Phương pháp bình đo khối lượng riêng (pyknometric)	23
GM 24.2	Phương pháp thuỷ tĩnh	24
GM 25	Phép đo nhiệt độ chuyển pha	25
GM 25.1	Khoảng chung cất	25
GM 25.2	Khoảng nóng chảy	25
GM 25.3	Điểm kết tinh	26
GM 26	Đo độ phân cực	26
GM 27	Đo độ khúc xạ	27
GM 28	Quang phổ hấp thụ phân tử (tử ngoại và khả kiến)	28
GM 29	Quang phổ hấp thụ nguyên tử (AAS)	28
GM 30	Quang phổ phát xạ ngọn lửa (FES)	29
GM 31	Phương pháp điện thế	29
GM 31.1	Xác định pH	29
GM 31.2	Chuẩn độ	31
GM 32	Phân tích cực phổ quét	32
GM 33	Von-ampe hoà tan anot	33
GM 34	Sắc ký khí (GC)	33
GM 35	Xác định kim loại bằng cách chiết xuất dung môi theo AAS	33
GM 36	Đo màu theo đơn vị Hazen	34

Lời nói đầu

TCVN 7764-1 : 2007 thay thế các TCVN 2310-78, 2311-78, 2312-78, 2313-78, 2314-78, 2317-78, 2319-78, 2320-78, 2322-78, 3732-82, 3733-82 và 3778-82.

TCVN 7764-1 : 2007 hoàn toàn tương đương ISO 6353-1 : 1982.

TCVN 7764-1 : 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 1: Phương pháp thử chung

*Reagents for chemical analysis –
Part 1: General test methods*

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định các phương pháp thử chung để kiểm tra xác nhận tính phù hợp của thuốc thử dùng trong phân tích hoá học với yêu cầu kỹ thuật đã qui định trong các phần khác của TCVN 7764 (ISO 6353).

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau đây là 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 3731 : 2007 (ISO 758 : 1976) Sản phẩm hoá học dạng lỏng sử dụng trong công nghiệp – Xác định khối lượng riêng ở 20 °C.

TCVN 6398 (ISO 31) Đại lượng và đơn vị.

ISO 759 Volatile organic liquids for industrial use – Determination of dry residue after evaporation on a water bath – General method (Chất lỏng hữu cơ dễ bay hơi sử dụng trong công nghiệp – Xác định cặn khô sau khi bay hơi trên bể cách thuỷ – Phương pháp chung).

ISO 760 Determination of water – Karl Fischer method (General method) [Xác định nước – Phương pháp Karl Fischer (phương pháp chung)].

ISO 918 Volatile organic liquids for industrial use – Determination of distillation characteristics – General method (Chất lỏng hữu cơ dễ bay hơi sử dụng trong công nghiệp – Xác định các đặc tính chưng cất – Phương pháp chung).

ISO 1392 Determination of crystallizing point – General method (Xác định điểm kết tinh – Phương pháp chung).

ISO 2211 Liquid chemical products – Measurement of colour in Hazen units (platinum-cobalt scale) [(Sản phẩm hoá học dạng lỏng – Đo màu theo đơn vị Hazen (thang đo platin-coban))].

ISO 2718 Standard layout for a method of chemical analysis by gas chromatography (Cách trình bày tiêu chuẩn đối với phương pháp phân tích hoá học bằng sắc ký khí).

ISO 6685 Chemical products for industrial use – General method for determination of iron content – 1,10 Phenanthroline spectrophotometric method (Sản phẩm hoá học sử dụng trong công nghiệp – Phương pháp chung để xác định hàm lượng sắt – Phương pháp quang phổ 1,10 Phenanthrolin).

3 Qui định chung

3.1 Thuật ngữ cho các hợp chất hoá học sử dụng trong tiêu chuẩn này nói chung phù hợp với qui tắc được ban hành bởi Hiệp hội Quốc tế về Hoá chất tinh khiết và Hoá học ứng dụng (IUPAC).

3.2 Trong tất cả các phản ứng hoặc các qui trình được mô tả, chỉ sử dụng nước cất hoặc nước khử ion. Nước không có cacbon dioxit, nếu yêu cầu, có thể được chuẩn bị bằng cách đun sôi nước cất hoặc nước khử ion trong khoảng 10 phút và tránh tiếp xúc với không khí trong lúc làm lạnh và bảo quản.

3.3 Trừ khi có qui định khác, các dung dịch là dung dịch nước và sử dụng nước để pha loãng.

3.4 Trừ khi có qui định khác, ký hiệu "%" là phần trăm theo khối lượng (*m/m*).

3.5 Số tham chiếu của phương pháp thử chung, viết tắt GM, đã cho trong các phép thử riêng biệt, xem số của phương pháp trong điều 5.

3.6 Các thuốc thử được sử dụng phải phù hợp với các yêu cầu qui định trong TCVN 7764 (ISO 6353). Nếu không có qui định kỹ thuật tương ứng thì phải sử dụng các thuốc thử có cấp phân tích phù hợp.

CHÚ THÍCH Các thuốc thử qui định trong tiêu chuẩn này được ký hiệu là R ..., ví dụ natri clorua là R 31.

3.7 Trừ khi có qui định khác, các giá trị khối lượng riêng là khối lượng riêng được xác định ở 20 °C.

3.8 Nhiệt độ được biểu thị bằng độ Celsius (°C)

3.9 Các chữ viết tắt sau đây được sử dụng trong tiêu chuẩn này:

AgDDTC	bạc dietyldithiocacbammat (silver diethyldithiocarbamate)
APDC	amoni pyrolidin 1 cacbodithioat (ammonium pytrolidine 1 carbodithioate)
EDTA	etylen diamin tetra axetic axit, muối dinatri (ethylenediaminetetraacetic, disodium salt)
AAS	quang phổ hấp thụ nguyên tử (atomic absorption spectroscopy)
FES	quang phổ phát xạ ngọn lửa (flame emission spectroscopy)

GC	sắc ký khí (gas chromatography)
SS	dung dịch tiêu chuẩn (standard solution)
IS	dung dịch chỉ thị (indicator solution)
RS	dung dịch thuốc thử (reagent solution)
GM	phương pháp thử chung (general test method)
R	thuốc thử (reagent)
MAS	quang phổ hấp thụ phân tử (molecular absorption spectrophotometry)

3.10 Cảnh báo

Các tính chất lý học và hoá học của các hoá chất đang được sử dụng, đặc biệt là các tính chất liên quan đến các ảnh hưởng sinh lý, dễ cháy và nổ, có thể có những nguy hiểm đáng kể đến sức khoẻ và an toàn. Mặc dù mức độ nguy hiểm là rất khác nhau, khi không có các thông tin cụ thể về loại hoá chất thì việc sử dụng bất kỳ hoá chất nào sẽ phải tuân theo qui định về hoá chất nguy hiểm.

Điều khoản chi tiết về các nguy hiểm và các qui trình an toàn liên quan không nằm trong phạm vi áp dụng của tiêu chuẩn này vì hầu hết các nhà sản xuất hoá chất rất sẵn sàng đưa ra lời khuyên cho người sử dụng về việc sử dụng các sản phẩm của họ. Ngoài ra, qui chuẩn quốc gia về đóng gói và ghi nhãn các hoá chất nguy hiểm cũng đảm bảo thông tin đầy đủ về các nguy hiểm liên quan đến việc sử dụng hoá chất (xem thêm TCVN 5507 : 2002 Hoá chất nguy hiểm – Qui phạm an toàn trong sản xuất, kinh doanh, sử dụng, bảo quản và vận chuyển).

4 Dung dịch sử dụng trong phương pháp thử

4.1 Dung dịch tiêu chuẩn (SS)

Chuẩn bị dung dịch tiêu chuẩn gốc (4.1.1) và dung dịch tiêu chuẩn pha loãng (4.1.2) như sau

4.1.1 Dung dịch tiêu chuẩn gốc

Hoà tan các lượng chất được biểu thị trong cột 2 Bảng 1, pha loãng đến vạch trong bình định mức dung tích 1 000 ml và lắc đều.

Trừ khi có qui định khác, tất cả các dung dịch tiêu chuẩn gốc của hợp chất vô cơ nên bảo quản trong chai làm bằng vật liệu nhựa phù hợp.

4.1.2 Dung dịch tiêu chuẩn pha loãng

Chuẩn bị các dung dịch tiêu chuẩn pha loãng I, II và III tại thời điểm sử dụng bằng cách pha loãng dung dịch tiêu chuẩn gốc (4.1.1) trong bình định mức dung tích thích hợp và với tỷ lệ thể tích chính xác tương ứng 1/10, 1/100, 1/1 000.

Bảng 1 – Chuẩn bị dung dịch tiêu chuẩn gốc

Tên thuốc thử	Khối lượng các chất cần thiết để chuẩn bị 1 000 ml dung dịch	1 ml dung dịch tương ứng với
Axetaldehyt	1,00 g CH ₃ CHO	0,001 g CH ₃ CHO
Nhôm	17,60 g Al(SO ₄) ₂ .12H ₂ O + 10 ml H ₂ SO ₄ (25 %)	0,001 g Al
Amoniac	2,97 g NH ₄ Cl (R 5)	0,001 g NH ₃ hoặc 0,000 776 6 g N
Arsen	1,32 g As ₂ O ₃ hoà tan trong 3 ml dung dịch NaOH (27 %) bằng cách đun nóng.	0,001 g As
Bari	1,78 g BaCl ₂ .2H ₂ O (R 6)	0,001 g Ba
Bismut	1,00 g Bi hoà tan trong 6 ml HNO ₃ (R 19), và đuổi khí nitơ bằng cách đun sôi.	0,001 g Bi
Bromat	1,31 g KBrO ₃ .	0,001 g BrO ₃
Bromua	1,49 g KBr.	0,001 g Br
Canxi	3,67 g CaCl ₂ .2H ₂ O. Hoặc, 2,50 g CaCO ₃ hoà tan trong 25 ml dung dịch HCl (10 %) và đuổi CO ₂ bằng cách đun sôi.	0,001 g Ca
Cacbonat	2,41 g Na ₂ CO ₃ (R 30)	0,001 g CO ₂ hoặc 0,000 27 g C
Cacbonyl	10,43 g axeton (R 2) tương ứng với 5,0 g CO, cân vào bình định mức dung tích 100 ml có sẵn 50 ml metanol không có cacbonyl (RS 4.2.11), pha loãng đến vạch bằng loại metanol tương tự và trộn kỹ. Lấy 20,0 ml dung dịch này và pha loãng đến 1 000 ml. Sử dụng cùng loại metanol để pha loãng.	0,001 g CO
Clorat	1,47 g KClO ₃	0,001 g ClO ₃
Clorua	1,65 g NaCl (R 32)	0,001 g Cl
Clo	3,97 g Cloramin T (trihydrat)	0,001 g clo hoạt tính
Crom	2,83 g K ₂ Cr ₂ O ₇ (R 23)	0,001 g Cr
Coban	4,94 g Co(NO ₃) ₂ .6H ₂ O	0,001 g Co
Đồng	3,93 g CuSO ₄ .5H ₂ O (R 9)	0,001 g Cu
Florua	2,21 g NaF	0,001 g F
Formaldehyt	2,86 g dung dịch formaldehyt (35 %)	0,001 g HCHO
Hexaxyanoferrat(II)	1,99 g K ₄ [Fe(CN) ₆].3H ₂ O	0,001 g Fe(CN) ₆
Hexaflorosilicat	3,38 g dung dịch H ₂ SiF ₆ (30 %)	0,001 g SiF ₆
Sắt	8,63 g NH ₄ Fe(SO ₄) ₂ .12H ₂ O + 10 ml dung dịch H ₂ SO ₄ (25 %)	0,001 g Fe
Iodat	1,22 g KIO ₃	0,001 g IO ₃
Iodua	1,31 g KI (R 25)	0,001 g I
Chì	1,60 g Pb(NO ₃) ₂ + 1 ml HNO ₃ (R 19)	0,001 g Pb
Magie	10,14 g MgSO ₄ .7H ₂ O	0,001 g Mg
Mangan	3,08 g MnSO ₄ .H ₂ O	0,001 g Mn
Thủy ngân	1,62 g Hg(NO ₃) ₂ + 1 ml HNO ₃ (R 19)	0,001 g Hg
Molypđen	1,84 g (NH ₄) ₆ Mo ₇ O ₂₄ .4H ₂ O	0,001 g Mo

Bảng 1 (kết thúc)

Tên thuốc thử	Khối lượng các chất cần thiết để chuẩn bị 1 000 ml dung dịch	1 ml dung dịch tương ứng với
Niken	4,48 g NiSO ₄ .6H ₂ O hoặc 4,78 g NiSO ₄ .7H ₂ O	0,001 g Ni
Nitrat	1,37 g NaNO ₃	0,001 g NO ₃
Nitrit	1,50 g NaNO ₂	0,001 g NO ₂
Nitơ	6,07 g NaNO ₃	0,001 g N
Oxalat	1,43 g C ₂ H ₂ O ₄ .2H ₂ O (R 20)	0,001 g C ₂ O ₄
Phosphat	1,43 g KH ₂ PO ₄	0,001 g PO ₄
Phospho	4,39 g KH ₂ PO ₄	0,001 g P
Kali	2,59 g KNO ₃	0,001 g K
Silicat	1,00 g axit silixic nung nóng ở 900 °C và hoà tan trong 8 ml dung dịch NaOH (27 %)	0,001 g SiO ₂
Bạc	1,58 g AgNO ₃ (R 28). Bảo quản dung dịch trong lọ thủy tinh sẫm màu.	0,001 g Ag
Natri	2,54 g NaCl (R 32)	0,001 g Na
Sulfat	1,81 g K ₂ SO ₄	0,001 g SO ₄
Sulfua	7,49 g Na ₂ S.9H ₂ O	0,001 g S
Lưu huỳnh	5,44 g K ₂ SO ₄	0,001 g S
Thioxyanat	1,31 g NH ₄ SCN	0,001 g SCN
Thiosulfat	2,21 g Na ₂ S ₂ O ₃ .5H ₂ O (R 36)	0,001 g S ₂ O ₃
Titan	21,47 g dung dịch TiCl ₃ (15 %) + 20 ml dung dịch HCl (25 %)	0,001 g Ti
Kẽm	4,40 g ZnSO ₄ .7H ₂ O	0,001 g Zn

4.2 Dung dịch thuốc thử (RS)

Chuẩn bị dung dịch thuốc thử như sau.

4.2.1 Amoni metavanadat (RS)

Hoà tan 2,5 g amoni metavanadat trong 500 ml nước sôi, để nguội, thêm vào 20 ml dung dịch axit nitric (R 19), để nguội và pha loãng đến thể tích 1 000 ml. Bảo quản trong chai polyetylen.

4.2.2 Dung dịch đệm tiêu chuẩn borat (RS)

Dùng nước không có cacbon dioxit (xem 3.2) hoà tan 3,81 g natri tetraborat decahydrat và pha loãng đến thể tích 1 000 ml. Tránh tiếp xúc với cacbon dioxit trong không khí.

4.2.3 Dung dịch đệm tiêu chuẩn canxi hydroxit (RS)

Chuẩn bị dung dịch bão hoà ở 25 °C. Xác định nồng độ canxi hydroxit bằng cách chuẩn độ với dung dịch axit clohydric chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$, sử dụng chất chỉ thị phenol đỏ

(IS 4.3.10). Nồng độ $c[1/2 \text{Ca(OH)}_2]$ phải ở giữa 0,040 0 mol/l và 0,041 2 mol/l. Tránh tiếp xúc với cacbon dioxide trong không khí và loại bỏ dung dịch nếu bị đục.

4.2.4 Axit cromic (RS)

Hoà tan 100 g crom trioxit trong dung dịch axit sulfuric (35 %) và pha loãng đến thể tích 1 000 ml bằng axit đó.

4.2.5 Coban(II) clorua (RS)

4.2.5.1 Chuẩn bị

Hoà tan 60 g coban(II) clorua hexahydrat trong thể tích khoảng 900 ml hỗn hợp 25 ml dung dịch axit clohydric (R 13) và 975 ml nước, pha loãng đến thể tích 1 000 ml bằng dung dịch hỗn hợp đó. Xác định nồng độ theo phương pháp qui định trong 4.2.5.2 và điều chỉnh nồng độ đến 59,5 mg $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}/\text{ml}$ bằng cách sử dụng lượng dung dịch axit clohydric pha loãng đã tính.

4.2.5.2 Chuẩn độ

Cho 5,0 ml dung dịch (4.2.5.1), 5 ml dung dịch hydro peroxit (3 %) và 10 ml dung dịch natri hydroxit (27 %) vào bình nón dung tích 200 ml có nút thuỷ tinh nhám. Mở nút ra, đun sôi nhẹ trong 10 phút, để nguội, thêm 60 ml axit sulfuric (10 %) và 2 g kali iodua (R 25). Đậy nút và hoà tan kết tủa bằng cách lắc nhẹ. Chuẩn độ iot tự do bằng dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn natri thiosulfat, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$, thêm 10 giọt dung dịch tinh bột (IS 4.3.11) ở gần cuối phép chuẩn độ.

Điểm cuối đạt được khi mất màu xanh.

1 ml dung dịch natri thiosulfat, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$, tương ứng với 23,79 mg $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

4.2.6 Đồng(II) sulfat (RS)

4.2.6.1 Chuẩn bị

Hoà tan 63 g đồng (II) sulfat pentahydrat (R 9) trong khoảng 900 ml hỗn hợp 25 ml dung dịch axit clohydric (R 13) và 975 ml nước, pha loãng đến thể tích 1 000 ml với dung dịch hỗn hợp đó. Xác định nồng độ theo phương pháp qui định trong 4.2.6.2 và điều chỉnh nồng độ đến 62,4 mg $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}/\text{ml}$ bằng cách sử dụng lượng dung dịch axit clohydric pha loãng đã tính.

4.2.6.2 Chuẩn độ

Cho 10,0 ml dung dịch (4.2.6.1), 50 ml nước, khoảng 12 ml dung dịch axit axetic 12 % và 3 g kali iodua (R 25) vào bình nón dung tích 200 ml có nút thuỷ tinh nhám. Chuẩn độ iot tự do bằng dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn natri thiosulfat, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$, thêm 10 giọt dung dịch tinh bột (IS 4.3.11) ở gần cuối phép chuẩn độ.

Điểm cuối đạt được khi mất màu xanh.

1 ml dung dịch natri thiosulfat, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$, tương ứng với 24,97 mg $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$.

4.2.7 2,4 dinitrophenylhydrazin (RS)

Hoà tan 50 mg 2,4 dinitrophenylhydrazin trong 25 ml metanol không có cacbonyl (RS 4.2.11) và 2 ml dung dịch axit clohydric, pha loãng đến thể tích 50 ml bằng nước. Dung dịch sử dụng được trong 2 tuần.

4.2.8 Sắt(III) clorua (RS)**4.2.8.1 Chuẩn bị**

Hoà tan 46 g sắt(III) clorua hexahydrat trong thể tích khoảng 900 ml hỗn hợp gồm 25 ml dung dịch axit clohydric (R 13) và 975 ml nước, pha loãng đến thể tích 1 000 ml bằng hỗn hợp đó. Xác định nồng độ theo phương pháp qui định trong 4.2.8.2 và điều chỉnh nồng độ về 45,0 mg $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ /ml bằng cách sử dụng lượng dung dịch axit clohydric pha loãng đã tính.

4.2.8.2 Chuẩn độ

Cho 10,0 ml dung dịch (4.2.8.1), 15 ml nước, 5 ml dung dịch axit clohydric (R 13) và 4 g kali iodua (R 25) vào bình nón dung tích 200 ml có nút thủy tinh nhám. Đậy nút, để ở chỗ tối trong 15 phút và thêm 100 ml nước; chuẩn độ iot tự do bằng dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn natri thiosulfat, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$, thêm 10 giọt dung dịch tinh bột (IS 4.3.11) ở gần cuối phép chuẩn độ.

Điểm cuối đạt được khi mất màu xanh.

1 ml dung dịch natri thiosulfat, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$, tương ứng với 27,03 mg $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

4.2.9 Hỗn hợp sắt(II)/sắt(III) (RS)

Hoà tan 10 g amoni sắt(II) sulfat hexahydrat và 1 g amoni sắt(III) sulfat dodecahydrat trong nước, thêm 5 ml dung dịch axit sulfuric (20 %), pha loãng đến thể tích 100 ml.

4.2.10 Chi axêtat (bazơ) (RS)

Hoà tan 5 g chi(II) axetat trihydrat và 15 g natri hydroxit (R 34) trong 80 ml, pha loãng đến thể tích 100 ml.

4.2.11 Metanol, không có cacbonyl (RS)

Cho 10 g 2,4 dinitrophenylhydrazin và 0,5 ml dung dịch axit clohydric (R 13) vào 2 lít metanol (R 18), đun hồi lưu trong 2 h và sau đó cất loại 50 ml đầu tiên. Khuấy metanol trong khi chưng cất bằng máy khuấy từ để tránh sôi quá mạnh. Bảo quản trong lọ đậy kín, metanol được lưu giữ sẽ không có cacbonyl.

4.2.12 Dung dịch đệm tiêu chuẩn oxalat (RS)

Hoà tan 12,71 g kali tetra oxalat dihydrat trong nước và pha loãng đến thể tích 1 000 ml.

4.2.13 Dung dịch đệm tiêu chuẩn phosphat (RS)

Hoà tan 3,40 g kali dihydro phosphat và 3,55 g dinatri hydro phosphat, cả hai được làm khô trước trong 2 h ở $120\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$, trong nước không có cacbon dixit (xem 3.2) và pha loãng đến thể tích 1 000 ml bằng nước tương tự.

4.2.14 Dung dịch đệm tiêu chuẩn phtalat (RS)

Hoà tan 10,21 g kali hydro phtalat (đã được sấy trước ở $110\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong 1 giờ), trong nước và pha loãng đến thể tích 1 000 ml.

4.2.15 Dung dịch kali hydroxit metanolic (RS)

Trộn 15,0 ml dung dịch kali hydroxit (33 %) với 50 ml metanol không có cacbonyl (RS 4.2.11). Dung dịch sử dụng được trong 2 tuần.

4.2.16 Natri dihydro phosphat (RS)

Hoà tan 20 g natri dihydro phosphat monohydrat trong nước, thêm 1 ml dung dịch axit sulfuric (20 %), pha loãng đến thể tích 100 ml.

4.2.17 Dung dịch đệm tiêu chuẩn tartrat (RS)

Chuẩn bị dung dịch raxemic kali hydro tactrat bão hoà bằng cách lắc mạnh với nước ở $25\text{ }^{\circ}\text{C}$. Dung dịch này kém bền, có thể làm bền bằng cách thêm vào một lượng nhỏ tinh thể thymol.

4.3 Dung dịch chỉ thị (IS)

Chuẩn bị dung dịch chỉ thị như sau.

4.3.1 Amoni sắt(III) sulfat (IS)

Hoà tan 33 g amoni sắt(III) sulfat dodecahydrat trong 67 ml dung dịch axit nitric (12 %).

4.3.2 Bromphenol xanh (IS)

Làm ẩm 0,1 g bromphenol xanh với 3,0 ml dung dịch natri hydroxit 0,2 % và 5 ml etanol 95 % (theo thể tích). Khi hoà tan hoàn toàn, thêm 50 ml etanol 95 % (theo thể tích) và pha loãng đến thể tích 250 ml bằng nước.

4.3.3 Tím tinh thể (IS)

Hoà tan 1,25 g tím tinh thể C.I. 42.555 trong 250 ml axit axetic (R 1).

4.3.4 Isatin (IS)

Hoà tan 0,50 g isatin trong 50 ml dung dịch axit sulfuric (R 37) (dung dịch A).

Hoà tan 0,50 g sắt(III) clorua hexahydrat trong 2 ml nước và pha loãng đến thể tích 100 ml bằng dung dịch axit sulfuric (R 37) đang khuấy cho đến khi ngừng thoát khí (dung dịch B).

Ngay trước khi sử dụng, thêm 5,0 ml dung dịch B vào 2,5 ml dung dịch A, pha loãng đến thể tích 100 ml bằng dung dịch axit sulfuric (R 37):

4.3.5 Metyl da cam (IS)

Hoà tan 0,1 g metyl da cam C.I. 13025 trong 50 ml etanol 95 % (theo thể tích) và pha loãng bằng nước đến thể tích 250 ml.

4.3.6 Metyl đỏ (IS)

Đun nóng 25 mg metyl đỏ đã được nghiền mịn C.I. 13020 trong 0,95 ml dung dịch natri hydroxit 0,2 % và 5 ml etanol 95 % (theo thể tích), pha loãng bằng nước đến thể tích 250 ml.

4.3.7 Hỗn hợp metylthymol xanh

Nghiền 1 g metylthymol xanh với 100 g kali nitrat thành bột mịn.

4.3.8 Hỗn hợp modan đen 11

Nghiền 1 g modan đen 11 C.I. 14645 và 100 g natri clorua thành bột mịn.

4.3.9 Phenolphthalein (IS)

Hoà tan 2,5 g phenolphthalein trong 250 ml etanol 95 % (theo thể tích).

4.3.10 Phenol đỏ (IS)

Đun nóng 50 mg phenol đỏ với 2,85 ml dung dịch natri hydroxit 0,2 % và 5 ml etanol 95 % (theo thể tích). Sau đó, thêm 50 ml etanol 95 % (theo thể tích) và pha loãng bằng nước đến thể tích 250 ml.

4.3.11 Tinh bột (IS)

Tạo hồ bột gồm 1,0 g tinh bột tan và 5 ml nước, vừa khuấy vừa cho hồ bột vào 100 ml nước đang sôi. Đun sôi trong vài phút, để nguội. Dung dịch sử dụng được trong 2 tuần.

CHÚ THÍCH Có thể kéo dài thời gian sử dụng dung dịch này được vài tháng bằng cách thêm vài giọt dung dịch formaldehyt.

4.3.12 Thymolphthalein (IS)

Hoà tan 0,50 g thymolphthalein trong 60 ml etanol 95 % (theo thể tích) và pha loãng bằng nước đến thể tích 250 ml.

5 Phương pháp thử chung (GM)

5.1 Tạp chất không tan trong nước (GM 1)

Lấy phễu lọc thủy tinh xốp có độ xốp P 40 (đường kính lỗ 16 μm đến 40 μm) (đã được sấy khô trước ở 105 °C \pm 2 °C trong 1 h, để nguội trong bình hút ẩm) và cân chính xác đến 0,1 mg. Hoà tan hoàn toàn phần mẫu thử xác định trong một lượng nước sôi thích hợp, để nguội và lọc qua phễu. Rửa sạch cặn bằng nước, sấy khô ở 105 °C \pm 2 °C trong 1 giờ, để nguội trong bình hút ẩm, sau đó cân lại chính xác đến 0,1 mg. Tính khối lượng cặn.

5.2 Clorua (GM 2)

Axit hoá lượng dung dịch thử xác định bằng 1 ml dung dịch axit nitric (25 %) và thêm 1 ml dung dịch bạc nitrat khoảng 1,7 %.

Giữ yên trong 2 phút. So sánh màu trắng sữa của dung dịch thu được với dung dịch đối chứng tiêu chuẩn xác định.

5.3 Sulfat (GM 3)

Trộn 0,25 ml dung dịch kali sulfat 0,02 % trong etanol 30 % (theo thể tích) với 1 ml dung dịch bari clorua dihydrat 25 % (dung dịch tạo mầm). Thêm vào dung dịch này, chính xác sau 1 phút, lượng dung dịch thử xác định đã được axit hoá trước bằng 0,5 ml dung dịch axit clohydric 20 %.

Giữ yên trong 5 phút và so sánh độ đục của dung dịch thu được với dung dịch đối chứng tiêu chuẩn xác định.

5.4 Phosphat (GM 4)

Thêm 5 ml dung dịch amoni molybdat 10 % vào lượng dung dịch thử xác định. Điều chỉnh pH đến 1,8 và đun sôi dung dịch. Để nguội, thêm 12,5 ml dung dịch axit clohydric 15 % và chiết với 20 ml dietyl ete. Rửa pha hữu cơ bằng dung dịch axit clohydric 5 % và khử bằng 0,2 ml dung dịch thiếc(II) clorua dihydrat 2 % trong dung dịch axit clohydric (R 13).

So sánh màu xanh pha hữu cơ của dung dịch thu được với dung dịch đối chứng tiêu chuẩn xác định.

5.5 Silicat (GM 5)

Trộn lượng dung dịch thử xác định với 4,5 ml dung dịch axit sulfuric 5 % và 1 ml dung dịch amoni molybdat 10 %. Sau 5 phút, thêm 5 ml dung dịch axit oxalic 5 %, sau 5 phút nữa, thêm 0,2 ml dung dịch thiếc(II) clorua dihydrat 2 % trong dung dịch axit clohydric (R 13).

So sánh màu xanh của dung dịch thu được với dung dịch đối chứng tiêu chuẩn xác định.

5.6 Nitơ tổng (GM 6)

Chuyển dung dịch phân tích vào bình Kjeldahl, nếu cần, pha loãng lượng dung dịch thử xác định đến 140 ml trong thiết bị Kjeldahl bao gồm một bình Kjeldahl được gắn với một thiết bị chưng cất, thêm

5 ml dung dịch natri hydroxit 32 % và 1,0 g hợp kim Devarda hoặc sợi nhôm. Để yên 1 h. Chung cất 75 ml hỗn hợp phản ứng vào trong ống so màu hình trụ có chia vạch chứa sẵn 5,0 ml dung dịch axit sulfuric 0,5 %. Thêm 3 ml dung dịch natri hydroxit 32 % và 2 ml thuốc thử Nessler, pha loãng đến thể tích 100 ml.

So sánh màu vàng của dung dịch thu được với dung dịch đối chứng tiêu chuẩn xác định.

5.7 Các kim loại nặng (tính theo Pb) (GM 7)

Thêm 0,2 ml dung dịch axit axetic 30 % vào lượng dung dịch thử xác định và sục khí hydro sulfua đến bão hoà hoặc sử dụng một lượng dung dịch hydro sulfua thích hợp.

So sánh màu nâu của dung dịch thu được với màu của dung dịch đối chứng tiêu chuẩn xác định.

5.8 Sắt (GM 8)

5.8.1 Phương pháp 1,10-Phenanthrolin (GM 8.1)

Xem ISO 6685.

5.8.2 Phương pháp bathophenanthrolin (GM 8.2)

5.8.2.1 Dung dịch đệm (pH 4,5)

Hoà tan 164 g natri axetat trihydrat (R 29) và 115 ml axit axetic (R 1) trong nước. Pha loãng đến thể tích 1 000 ml.

5.8.2.2 Cách tiến hành

Cho 1 ml dung dịch axit ascorbic 10 %, 15 ml dung dịch đệm (5.8.2.1) và 1 ml dung dịch muối dinatri của axit disulphonic bathophenanthrolin 0,1 % đến thể tích qui định của dung dịch thử. Pha loãng đến thể tích 50 ml và để yên trong 15 phút. So sánh màu đỏ của dung dịch thu được với màu của dung dịch đối chứng tiêu chuẩn xác định.

5.9 Nhôm (GM 9)

5.9.1 Thuốc thử aluminon

Cho 0,25 g aluminon (amoni aurin tricacboxylat) và 5 g nhựa acacia vào 250 ml nước và làm ấm để hoà tan. Thêm 87 g amoni axetat (R 4) và hoà tan. Thêm 145 ml dung dịch axit clohydric 15 % và pha loãng đến thể tích 500 ml. Lọc nếu cần. Dung dịch sử dụng được trong 1 tháng.

5.9.2 Cách tiến hành

Lấy một thể tích xác định của dung dịch thử, thêm 1 ml dung dịch axit axetic 30 %, sau đó điều chỉnh pH của dung dịch đến 4,5 bằng dung dịch amoniac 10 % và giấy qui. Thêm 0,1 ml axit thioaxetic và 3 ml thuốc thử aluminon (5.9.1), đun nóng khoảng 100 °C trong 10 phút và để nguội.

So sánh màu đỏ của dung dịch thu được với màu của dung dịch đối chứng tiêu chuẩn xác định.

5.10 Amoniac (GM 10)

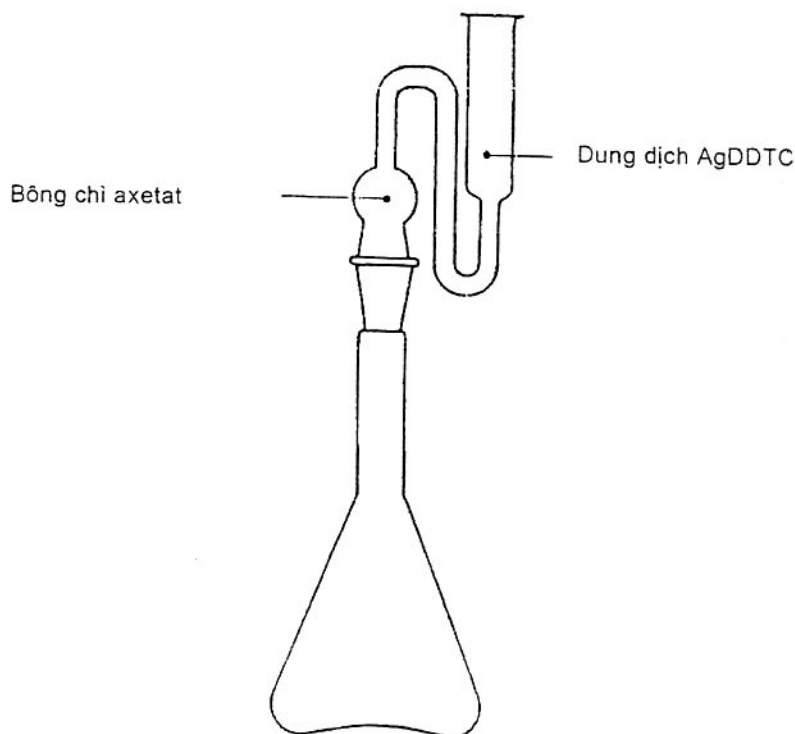
Pha loãng thể tích xác định của dung dịch thử đến thể tích 75 ml. Thêm 3 ml dung dịch natri hydroxyt 32 %, 2 ml thuốc thử Nessler và pha loãng đến 100 ml.

So sánh màu vàng của dung dịch thu được với màu của dung dịch đối chứng tiêu chuẩn xác định.

5.11 Arsen (GM 11)

Cho 10 ml dung dịch thiếc(II) clorua dihydrat 0,4 % trong dung dịch axit clohydric (R 13), 5 ml dung dịch kali iodua 15 % và 1 ml dung dịch đồng (II) sulphat pentahydrat 2 % vào dung dịch mẫu. Để hỗn hợp này phản ứng với 8 g kẽm hạt (R 40). Giữ arsin được tạo thành trong bình hấp thụ có chứa 5 ml dung dịch AgDDTC 0,5 % trong pyridin (xem Hình 1).

So sánh màu đỏ của dung dịch thu được với màu của dung dịch đối chứng tiêu chuẩn xác định.



Hình 1 – Thiết bị hấp thụ để sử dụng trong phép thử Arsen

5.12 Nước – Phương pháp Karl Fischer (GM 12)

Xem ISO 760.

5.13 Độ axit và độ kiềm (GM 13)**5.13.1 Độ axit và độ kiềm trong các sản phẩm dạng lỏng trộn lẫn nước (GM 13.1)****5.13.1.1 Cách tiến hành**

Cho 100 ml nước vào bình nón dung tích 250 ml và đun sôi trong 5 phút để loại bỏ cacbon dioxit. Sau khi làm nguội, thêm thể tích xác định dung dịch thử và đun sôi nhẹ khoảng 5 phút. Sau đó đậy bình bằng nắp có gắn ống chứa soda-vôi và để dung dịch nguội đến nhiệt độ phòng. Cuối cùng, thêm chất chỉ thị xác định và chuẩn độ bằng dung dịch chuẩn độ xác định, để đạt điểm cuối thích hợp ổn định trong ít nhất 15 giây.

5.13.1.2 Biểu thị kết quả

Độ axit hoặc độ kiềm, tính bằng milimol H^+ hoặc OH^- trên 100 g sản phẩm, tính theo công thức.

$$\frac{V \times c}{m} \times 100$$

trong đó

V là thể tích của dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn đã sử dụng, tính bằng mililit;

c là nồng độ của dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn, tính bằng mol H^+ hoặc OH^- trên lít;

m là khối lượng của mẫu có mặt trong thể tích xác định của dung dịch thử, tính bằng gam.

5.13.2 Độ axit và độ kiềm trong các sản phẩm dạng lỏng không trộn lẫn nước (GM 13.2)**5.13.2.1 Cách tiến hành**

Cho 100 ml nước (đã trung hoà trước dựa vào chất chỉ thị xác định) vào thể tích xác định của dung dịch thử trong phễu chiết, và lắc trong 3 phút. Để tách pha, chuẩn độ 50 ml pha nước với dung dịch chuẩn độ xác định, để đạt điểm cuối thích hợp ổn định ít nhất 15 giây.

5.13.2.2 Biểu thị kết quả

Độ axit hoặc độ kiềm, tính bằng milimol H^+ hoặc OH^- trên 100 g sản phẩm, tính theo công thức.

$$\begin{aligned} & \frac{V \times c \times 100}{m \times 50} \times 100 \\ & = \frac{V \times c}{m} \times 200 \end{aligned}$$

trong đó

V là thể tích của dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn đã sử dụng, tính bằng mililit;

c là nồng độ của dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn, tính bằng mol H^+ hoặc OH^- trên lít;

m là khối lượng của mẫu có mặt trong thể tích xác định của dung dịch thử, tính bằng gam.

5.14 Cặn còn lại sau khi bay hơi (GM 14) (xem thêm ISO 759)

Làm bay hơi phần mẫu thử xác định đến khô hoàn toàn trên bếp cách thủy, sử dụng chén bay hơi có khối lượng thích hợp và dung tích khoảng 150 ml (platin, thủy tinh, silica). Sấy khô đến khối lượng không đổi ở $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ theo qui định trong yêu cầu kỹ thuật đối với mỗi sản phẩm liên quan.

5.15 Cặn còn lại sau khi nung (GM 15)

Cho phần mẫu thử xác định vào chén hoặc đĩa thích hợp, gia nhiệt trước trong lò, điều khiển nhiệt độ ở $650\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$, trong 15 phút, làm nguội trong bình hút ẩm và cân chính xác đến 0,1 mg. Đốt nóng bằng cách tăng nhiệt độ từ từ, cho đến khi phần mẫu thử bay hơi hoàn toàn hoặc hoá thành than. Trong trường hợp sản phẩm dạng lỏng, đun nóng tránh sôi cho đến khi mẫu thử bay hơi hoàn toàn, tránh đốt cháy các sản phẩm hữu cơ. Cuối cùng, đốt nóng đĩa và cặn trong lò, điều khiển đến $650\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$, trong 15 phút (trừ khi có qui định khác), để nguội trong bình hút ẩm, và cân chính xác đến 0,1 mg.

CHÚ THÍCH Để quá trình bay hơi hoặc hoá thành than của mẫu xảy ra thuận lợi, có thể chia các mẫu thử lớn thành các phần nhỏ thích hợp.

5.16 Tro sulfat trong các sản phẩm dạng rắn (GM 16)

Cho phần mẫu thử xác định vào chén hoặc đĩa thích hợp, gia nhiệt trước trong lò, điều khiển nhiệt độ ở $650\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$, trong 15 phút, làm nguội trong bình hút ẩm và cân chính xác đến 0,1 mg. Đốt nóng bằng cách tăng nhiệt độ từ từ, cho đến khi phần mẫu thử bay hơi hoàn toàn hoặc hoá thành than, tránh đốt cháy các sản phẩm hữu cơ. Để nguội, thêm 0,25 ml dung dịch axit sulfuric (R 37) vào cặn và tiếp tục đun nóng cho đến khi hết khói. Sau đó, đốt nóng đĩa và cặn trong lò, điều khiển đến $650\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$, trong 15 phút (trừ khi có qui định khác), để nguội trong bình hút ẩm và cân chính xác đến 0,1 mg.

CHÚ THÍCH Để quá trình bay hơi hoặc hoá thành than của mẫu xảy ra thuận lợi, có thể chia các mẫu thử lớn thành các phần nhỏ thích hợp.

5.17 Tro sulfat trong các sản phẩm dạng lỏng (GM 17)

Cho phần mẫu thử xác định vào chén hoặc đĩa thích hợp, đốt nóng trước trong lò, điều khiển nhiệt độ ở $650\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$, trong 15 phút, làm nguội trong bình hút ẩm và cân chính xác đến 0,1 mg. Thêm 0,25 ml dung dịch axit sulfuric (R 37) và đun ầm, không sôi, trong tủ hút, cho đến khi phần mẫu thử bay hơi hoàn toàn, tránh đốt cháy các sản phẩm hữu cơ. Nếu cần, tiếp tục đun nóng nhẹ nhàng cho đến khi hết khói, sau đó đốt nóng trong lò, điều khiển đến $650\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$, trong 15 phút (trừ khi có qui định khác), để nguội trong bình hút ẩm và cân chính xác đến 0,1 mg.

CHÚ THÍCH Nếu phần mẫu thử lớn, để thao tác thuận lợi hơn với một số mẫu kế tiếp, khi đó thêm 0,5 ml dung dịch axit sulfuric (R 37) vào toàn bộ phần mẫu thử.

5.18 Các chất dễ bị cacbon hoá (GM 18)

5.18.1 Màu tiêu chuẩn

Sử dụng các dung dịch thuốc thử coban(II) clorua (RS 4.2.5), sắt(III) clorua (RS 4.2.8) và đồng(II) sulfat (RS 4.2.6), chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn thích hợp bằng cách sử dụng lượng hoá chất qui định trong Bảng 2. Bảo quản các dung dịch này, phủ bằng một lớp parafin dày 50 mm trên ống thử có nút, gắn kín bằng parafin.

5.18.2 Cách tiến hành

Cho phần mẫu thử xác định, nghiền thành bột mịn nếu dạng rắn, vào lượng xác định của dung dịch axit sulfuric (95 + 0,5) %, lắc để hoà tan hoàn toàn phần mẫu thử, để yên 15 phút ở 25 °C (trừ khi có qui định khác). Điều đặc biệt quan trọng là nồng độ của dung dịch axit sulfuric phải nằm trong khoảng qui định.

So sánh cường độ màu của dung dịch thử với màu của dung dịch đối chứng tiêu chuẩn xác định. Để so sánh, chất lỏng thử phải được đựng trong ống thử giống với ống thử có chứa dung dịch đối chứng tiêu chuẩn.

Bảng 2 – Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn

Dung dịch đối chứng tiêu chuẩn	Dung dịch coban(II) clorua (RS 4.2.5)	Dung dịch sắt(III) clorua (RS 4.2.8)	Dung dịch đồng(II) sulfat (RS 4.2.6)	Nước
	ml	ml	ml	ml
A	0,1	0,4	0,1	4,4
B	0,3	0,9	0,3	3,5
C	0,1	0,6	0,1	4,2
D	0,3	0,6	0,4	3,7
E	0,4	1,2	0,3	3,1
F	0,3	1,2	0,0	3,5
G	0,5	1,2	0,2	3,1
H	0,2	1,5	0,0	3,3
I	0,4	2,2	0,1	2,3
J	0,4	3,5	0,1	1,0
K	0,5	4,5	0,0	0,0
L	0,8	3,8	0,1	0,3
M	0,1	2,0	0,1	2,8
N	0,0	4,9	0,1	0,0
O	0,1	4,8	0,1	0,0
P	0,2	0,4	0,1	4,3
Q	0,2	0,3	0,1	4,4
R	0,3	0,4	0,2	4,1
S	0,2	0,1	0,0	4,7
T	0,5	0,5	0,4	3,6

5.19 Các chất khử permanganat (GM 19)

5.19.1 Phương pháp trực tiếp (GM 19.1)

Cho phần mẫu thử xác định hoặc dung dịch của nó vào bình thủy tinh không màu thích hợp có nút nhám, và cho thêm thể tích xác định dung dịch kali permanganat, $c(1/5 \text{ KMnO}_4) = 0,1 \text{ mol/l}$. Đậy bình và để yên ở nhiệt độ và thời gian qui định, tránh ánh sáng.

Kiểm tra màu của dung dịch thu được không được thay đổi hoàn toàn.

5.19.2 Phương pháp gián tiếp (GM 19.2)

5.19.2.1 Cách tiến hành

Cho phần mẫu thử xác định hoặc dung dịch của nó và 10,0 ml dung dịch kali permanganat, $(c(1/5 \text{ KMnO}_4) \approx 0,1 \text{ mol/l})$ vào 50 ml dung dịch axit sulfuric 5 % được đựng trong bình nón có nút thủy tinh nhám. Đậy bình và để yên ở nhiệt độ và thời gian qui định, tránh ánh sáng. Sau đó thêm 10 ml dung dịch kali iodua 10 % và chuẩn độ iot tự do bằng dung dịch natri thiosulfat chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,05 \text{ mol/l}$, sử dụng dung dịch tinh bột (IS 4.3.11) làm chất chỉ thị và buret có vạch chia 0,05 ml hoặc nhỏ hơn. Thực hiện phép thử trắng tại cùng thời điểm với phép xác định theo cùng qui trình, lượng thuốc thử giống nhau như trong phép xác định, nhưng không có mẫu thử.

5.19.2.2 Biểu thị kết quả

Hàm lượng của chất khử permanganat, tính bằng phần trăm khối lượng của oxy (O_2), tính theo công thức.

$$\begin{aligned} & (V_0 - V_1) \times 0,05 \times \frac{100}{m} \times 8 \times \frac{1}{1000} \\ & = \frac{(V_0 - V_1)}{m} \times 0,04 \end{aligned}$$

trong đó

V_0 là thể tích của dung dịch natri thiosulfat chuẩn độ tiêu chuẩn được sử dụng trong phép thử trắng, tính bằng mililit;

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

m là khối lượng của phần mẫu thử, tính bằng gam;

8 là khối lượng của oxy tương ứng với 1,00 ml dung dịch kali permanganat, $c(1/5 \text{ KMnO}_4) = 0,1 \text{ mol/l}$.

5.20 Aldehyt (GM 20)

Cho 5 ml nước và 0,15 ml dung dịch dimedon 5 % trong etanol 95 % (theo thể tích) vào thể tích xác định của dung dịch thử và làm ấm trên bếp cách thủy cho đến khi mẫu được hoà tan hoàn toàn. Pha loãng nhanh bằng nước nóng đến thể tích 10 ml và để nguội.

So sánh độ đục của dung dịch thu được với độ đục của dung dịch đối chứng tiêu chuẩn xác định.

5.21 Hợp chất lưu huỳnh (GM 21)

Cho vào bình cất thích hợp thể tích xác định của dung dịch thử, thêm 10 ml dung dịch etanolic kali hydroxyt 3 % và đun hồi lưu trong 30 phút, tránh sử dụng ống nối cao su. Qua ống ngưng, thêm 20 ml nước, tháo bỏ ống ngưng, và bay hơi hết chất hữu cơ. Thêm 5 ml dung dịch brom bão hoà, đun nóng trong 15 phút trên bếp cách thủy, sau đó trung hoà bằng dung dịch axit clohydric 10 %. Cho dư 1 ml axit và đun sôi cho đến khi tất cả brom được giải phóng. Cuối cùng, bay hơi dung dịch đến khoảng 5 ml, trung hoà bằng dung dịch natri hydroxyt 10 % và tiến hành theo GM 3.

Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn gồm 10 ml hỗn hợp dung dịch etanolic kali hydroxyt 3 % và thể tích xác định của dung dịch tiêu chuẩn lưu huỳnh (SS).

5.22 Oxalat (GM 22)

Cho 2 ml dung dịch axit clohydric (R 13) và 1 g kẽm hạt (R 40) vào phần mẫu thử xác định hoặc vào thể tích xác định của dung dịch thử và đun sôi trong 1 phút; để yên 2 phút, lọc và lấy phần nước lọc vào ống thử có chứa 0,25 ml dung dịch phenylhydrazin hydroclorua 1 %. Đun đến sôi, làm nguội nhanh, cho một lượng bằng nhau của dung dịch axit hydroclorua (R 13) và 0,25 ml dung dịch kali hexacyanoferrat(III) 5 % và lắc đều.

So sánh màu hồng của dung dịch thu được với dung dịch đối chứng tiêu chuẩn.

5.23 Hợp chất cacbonyl (GM 23)

Cho phần mẫu thử xác định hoặc dung dịch của nó vào ống so màu hình trụ thủy tinh không màu có nút thủy tinh nhám, thêm 1 ml dung dịch 2,4-dinitrophenylhydrazin (RS 4.2.7), đậy nút, lắc và để yên 30 phút. Sau đó thêm 8 ml pyridin, 2 ml nước và 2 ml dung dịch metanolic kali hydroxyt (RS 4.2.15). Lắc, để yên 10 phút, và pha loãng đến 25 ml bằng metanol không có cacbonyl (RS 4.2.11).

So sánh màu đỏ sẫm của dung dịch thu được với dung dịch đối chứng tiêu chuẩn.

5.24 Đo khối lượng riêng (GM 24)

5.24.1. Phương pháp bình đo khối lượng riêng (GM 24.1) (cũng xem TCVN 3731).

5.24.1.1 Cách tiến hành

Cân bình đo khối lượng riêng khô (tốt nhất là có dung tích từ 25 ml đến 50 ml) chính xác đến 0,2 mg. Đổ đầy bình với nước mới đun sôi và nguội, xác định khối lượng biểu kiến của nước tại $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,1\text{ }^{\circ}\text{C}$ (m_2).

TCVN 7764-1 : 2007

Đổ hết nước và sau đó rửa sạch và làm khô, đổ mẫu thử đầy bình và sử dụng qui trình tương tự, xác định khối lượng biểu kiến của mẫu tại $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,1\text{ }^{\circ}\text{C}$ (m_1).

5.24.1.2 Biểu thị kết quả

Khối lượng riêng, biểu thị bằng g/ml và tính đến dấu thập phân thứ ba, tính theo công thức

$$\frac{m_1 + A}{m_2 + A} \times \rho_w$$

trong đó

m_1 là khối lượng biểu kiến của phần mẫu thử, tính bằng g;

m_2 là khối lượng biểu kiến của nước, tính bằng g;

ρ_w là khối lượng riêng của nước ở $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($\approx 0,998\text{ }2\text{ g/ml}$);

A là hiệu chỉnh độ nổi

$$\rho_a \times V$$

trong đó

ρ_a là khối lượng riêng của không khí (xấp xỉ $0,001\text{ }2\text{ g/ml}$);

V là thể tích của mẫu được lấy, tính bằng ml.

5.24.2 Phương pháp thủy tĩnh (GM 24.2)

5.24.2.1 Nguyên tắc

Sử dụng cân Mohr Westphal để đo độ nổi của phần thân nhúng chìm trong nước và sau đó trong chất lỏng cần xác định.

5.24.2.2 Cách tiến hành

Sử dụng sợi platin mảnh, treo phao ở đầu cuối của đòn cân Mohr Westphal và chỉnh thiết bị về điểm 0 bằng thao tác vặn trên đế ba chân; sau đó nhúng phao vào nước tại nhiệt độ qui định, và chỉnh trở lại điểm 0. Lấy phao ra, làm khô và lặp lại thao tác đối với chất lỏng cần xác định ở cùng nhiệt độ như đối với nước.

5.24.2.3 Biểu thị kết quả

Khối lượng, biểu thị bằng g/ml, tính theo công thức

$$\frac{P_2}{P_1} \times \rho_w$$

trong đó

P_1 và P_2 là số đọc tương ứng với vị trí đường đi, tương ứng với nước và chất lỏng cần xác định;

ρ_w có ý nghĩa tương tự như trong 5.24.1.2.

5.25 Đo nhiệt độ chuyển pha (GM 25)

Phải sử dụng trong các phép thử này nhiệt kế có vạch chia phù hợp với các yêu cầu của tiêu chuẩn quốc gia và phải có chứng nhận hiệu chuẩn quốc gia.

5.25.1 Khoảng chung cất (GM 25.1)

Xem ISO 918.

5.25.2 Khoảng nóng chảy (GM 25.2)

5.25.2.1 Nguyên tắc

Nguyên tắc này chỉ rõ khoảng nhiệt độ từ điểm phân mẫu thử bắt đầu nóng chảy đến điểm nóng chảy hoàn toàn, được chỉ rõ bởi sự tạo thành mặt khum của chất lỏng.

5.25.2.2 Thiết bị, dụng cụ

Thiết bị bao gồm mao quản, được làm từ thủy tinh mềm, bịt kín một đầu và một thiết bị thích hợp để đo nhiệt độ. Thiết bị đo nhiệt độ có thể là một nhiệt kế đơn giản hoặc có thể bao gồm, ví dụ, một thiết bị cảm ứng quang điện và hệ thống đọc nhiệt độ hiển thị số. Trong mọi trường hợp, nếu cần thiết có thể đọc nhiệt độ với độ chính xác và độ chụm 0,05 °C.

Cần thiết hơn nữa để cung cấp nguồn gia nhiệt, có thể là nguồn điện hoặc dụng cụ chứa chất lỏng có điểm sôi cao hơn khoảng nóng chảy của chất. Một số chất lỏng có thể được sử dụng trong dụng cụ gia nhiệt là:

Lên đến 100 °C: nước;

Lên đến 150 °C: glycerol;

Lên đến 300 °C: dầu silicon.

5.25.2.3 Cách tiến hành

Trừ khi có qui định khác, nghiền mẫu thành bột rất mịn và làm khô trong bình hút ẩm trên axit sulfuric hoặc trong lò ở nhiệt độ dưới điểm nóng chảy mong muốn. Ngoài ra, việc sử dụng mẫu trên phép thử "hao hụt khi làm khô" đã được thực hiện.

Cho lượng bột khô vào ống mao quản để tạo thành lớp dày khoảng 2 mm đến 3 mm ở đáy ống, nhồi chặt bằng cách gõ nhẹ trên một mặt phẳng cứng.

Đặt mao quản vào thiết bị gia nhiệt (trong trường hợp nhiệt kế thủy ngân, đặt mao quản với đoạn cuối bịt kín vào phần ở giữa của bầu thủy ngân), gia nhiệt trước đến nhiệt độ thấp hơn điểm dưới của dải nóng chảy 10 °C. Cần thận điều chỉnh tốc độ gia nhiệt ở giữa 1 °C/min và 2 °C/min.

Ghi lại nhiệt độ, trước tiên khi chất bắt đầu tạo thành những giọt nhỏ trong mao quản, và sau đó chất được nóng chảy hoàn toàn, thông thường thành dạng mặt khum của chất lỏng rõ ràng.

5.25.3 Điểm kết tinh (GM 25.3)

Xem ISO 1392.

5.26 Đo độ phân cực (GM 26)

Điều này qui định các phương pháp dựa vào phép xác định sự quay góc của mặt phẳng ánh sáng phân cực.

5.26.1 Định nghĩa và ký hiệu

5.26.1.1

Góc quay quang học (optical rotation) (α)

Góc mà mặt phẳng của sự phân cực được quay qua nó khi ánh sáng phân cực đi qua một lớp chất lỏng. Trừ khi có qui định khác, góc quay này được đo tại bước sóng của vạch D natri ở $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,5\text{ }^{\circ}\text{C}$ trên một lớp có chiều dài 1 dm.

5.26.1.2

Góc quay quang học đặc trưng của một chất lỏng (specific optical rotation of a liquid)

Góc quay tại bước sóng của vạch D natri ở $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,5\text{ }^{\circ}\text{C}$, trừ khi có qui định khác, tính góc quay quang học của lớp có độ dày 1 dm, và chia cho khối lượng riêng, tính bằng gam trên mililit, ở $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ của chất lỏng.

5.26.1.3

Góc quay quang học đặc trưng của dung dịch (specific optical rotation of a solution)

Góc quay tại bước sóng của vạch D natri ở $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,5\text{ }^{\circ}\text{C}$, trừ khi có qui định khác, tính góc quay quang học của lớp có độ dày 1 dm, và chia cho nồng độ của dung dịch, tính bằng gam trên mililit.

5.26.2 Thiết bị, dụng cụ

5.26.2.1 **Phân cực kế**, có khả năng đo với độ chính xác ít nhất $\pm 2'$ ($\pm 0,03^{\circ}$).

5.26.2.2 **Ống phân cực**, có chiều dài đã biết với độ chính xác $\pm 0,05\text{ mm}$.

5.26.3 Cách tiến hành

5.26.3.1 Hiệu chuẩn

Hiệu chuẩn thiết bị sử dụng chất có góc quay quang học đã biết, ví dụ nước cho số đọc 0° hoặc 180° ; dung dịch sucroza khan 260,0 g/l cho số đọc $+ 34^{\circ} 37' 2''$ ($+ 34,62^{\circ}$) ở $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ dùng ống 2 dm. Ngoài ra, có thể sử dụng những tấm trong suốt có góc quay quang học đã biết.

5.26.3.2 Phần mẫu thử

Sử dụng chất lỏng hoặc dung dịch được chuẩn bị, theo qui định, từ mẫu thử khô, dạng bột mịn. Trong trường hợp sau, mẫu từ phép thử "hao hụt khi làm khô" có thể được sử dụng cho mục đích này.

5.26.3.3 Cách xác định

Cho chất lỏng thử vào một ống phân cực sạch và khô, cẩn thận loại bỏ bong bóng khí và làm cho cả chất lỏng và thiết bị đến nhiệt độ qui định. Ghi số đọc của góc quay quang học.

5.26.4 Biểu thị kết quả

Đối với chất lỏng tinh khiết, góc quay quang học đặc trưng được tính theo công thức

$$(\alpha) \frac{t^{\circ}}{D} = \frac{\alpha}{l\rho}$$

Đối với dung dịch, góc quay quang học đặc trưng được tính theo công thức

$$(\alpha) \frac{t^{\circ}}{D} = \frac{100\alpha}{lc}$$

trong đó

α là góc quay quang học được quan sát, tính bằng độ arc;

l là độ dài của ống phân cực, tính bằng dm;

ρ là khối lượng riêng của chất lỏng ở $t^{\circ}\text{C}$, tính bằng g/ml;

c là nồng độ của hoạt chất, tính bằng g/100 ml;

t° là nhiệt độ của phép đo, tính bằng $^{\circ}\text{C}$.

5.27 Đo độ khúc xạ (GM 27)

5.27.1 Định nghĩa và ký hiệu

Xem TCVN 6398 (ISO 31).

5.27.2 Thiết bị, dụng cụ

Khúc xạ kế, có khả năng đo trực tiếp chỉ số khúc xạ trên toàn dải 1,300 0 đến 1,700 0 với độ chính xác $\pm 0,000 2$.

5.27.3 Cách tiến hành

5.27.3.1 Hiệu chuẩn

Hiệu chuẩn thiết bị sử dụng tấm hoặc chất lỏng có chỉ số khúc xạ đã biết.

5.27.3.2 Cách xác định

Đưa chất lỏng cần xác định và thiết bị đến nhiệt độ qui định và thực hiện phép đo. Chỉ số khúc xạ giảm khi tăng nhiệt độ đối với hầu hết các chất lỏng, mức độ giảm khoảng $0,000 5 \text{ K}^{-1}$ (đối với nước $0,000 1 \text{ K}^{-1}$).

5.28 Quang phổ hấp thụ phân tử (MAS) (tử ngoại và khả kiến) (GM 28)

5.28.1 Nguyên tắc

Đo độ hấp thụ bằng kết quả của sự truyền qua của chùm đơn sắc của các tia song song, bước sóng giữa 185 nm và 380 nm (UV), 380 nm và 780 nm (khả kiến), xuyên qua độ dày đã biết của dung dịch thử.

5.28.2 Thiết bị, dụng cụ

5.28.2.1 **Quang phổ kế**, được lắp thiết bị đo đơn sắc có khả năng đo độ truyền qua hoặc, tốt nhất độ hấp thụ ở bước sóng nhất định qua độ dày đã biết của dung dịch.

5.28.2.2 **Tế bào quang**, có chiều dài dẫn quang thích hợp, được làm từ silica để đọc trong phổ UV, và silica hoặc thủy tinh để đọc trong phổ khả kiến.

5.28.3 Cách tiến hành

Thực hiện qui trình đã cho trong qui định kỹ thuật đối với thuốc thử liên quan.

5.29 Quang phổ hấp thụ nguyên tử (AAS) (GM 29)

5.29.1 Khái quát

Mẫu hoặc dung dịch của nó được hút và nguyên tử hoá trong ngọn lửa có nhiệt độ cao, được duy trì bằng nhiên liệu thích hợp và hỗ trợ hỗn hợp khí để tác động bay hơi, hoá hơi và phân ly. Ngoài ra, có thể sử dụng thiết bị gia nhiệt không ngọn lửa. Nguồn ánh sáng bao gồm đèn catot rỗng hoặc ống vi sóng hoạt hoá, phóng điện không điện cực, phát ra bức xạ ở cùng bước sóng vì năng lượng kích thích của các nguyên tử mẫu. Các nguyên tử của nguyên tố được xác định hấp thụ phần nhỏ nhất định của bức xạ này, tương ứng với mật độ trạng thái cơ bản, và độ hấp thụ được đo bằng quang phổ hấp thụ nguyên tử phù hợp.

5.29.2 Cách tiến hành

Vì bản chất của phương pháp, loại thiết bị sẵn có, số lượng của mẫu thay đổi và các thông số thiết bị và tính đa dạng lớn của các ảnh hưởng, không thể đưa ra chi tiết các hướng dẫn.

Việc lựa chọn qui trình phụ thuộc vào mức độ chính xác được yêu cầu. Khả năng tác động từ nguồn lửa và nguồn không lửa phải được tính đến. Nếu thiết bị được lắp một nguồn nguyên tử ngọn lửa, phép xác định thường được thực hiện trong dung dịch nước của sản phẩm đang được thử nghiệm, axit hoá nhẹ bằng axit nitric hoặc clohydric.

Để phát hiện ảnh hưởng chất nền nào đó, sử dụng qui trình các chất phụ gia tiêu chuẩn. Điều này bao gồm việc thực hiện phép xác định trên số lượng (phụ thuộc vào độ chính xác yêu cầu, mà ít nhất là hai) của các phần phân ước của dung dịch thử, được thêm vào lượng đã biết các chất được xác định.

Các bước sóng của các vạch cộng hưởng và các thông tin đặc biệt khác đã được cho trong qui định kỹ thuật về thuốc thử liên quan.

5.30 Quang phổ phát xạ ngọn lửa (FES) (GM 30)

5.30.1 Khái quát

Kỹ thuật này dựa trên phép đo các bức xạ được phát ra bởi một số loại nguyên tử khi chuyển từ một mức năng lượng kích thích đến mức năng lượng thấp hơn. Năng lượng cần để đạt đến mức kích thích thường được cung cấp bởi ngọn lửa nhận được từ nhiên liệu thích hợp và được hỗ trợ bởi hỗn hợp khí, và bức xạ phát ra được đo với hệ thống quang kế thích hợp, với máy lọc hoặc với máy đơn sắc.

CHÚ THÍCH Ngoài ra, có thể sử dụng hỗn hợp ngọn lửa khác với hỗn hợp ngọn lửa đã qui định, trong trường hợp đó các nồng độ của dung dịch đã đề nghị trong qui định kỹ thuật thích hợp có thể cần phải thay đổi.

5.30.2 Cách tiến hành

Qui trình rất giống với qui trình đã sử dụng đối với quang phổ hấp thụ nguyên tử (xem 5.29) và qui trình này lại chỉ có thể đưa ra hướng dẫn chung.

Các điều kiện đối với mỗi phép xác định đã cho trong qui định kỹ thuật đối với thuốc thử liên quan.

5.31 Phương pháp điện thế

5.31.0 Khái quát

Thông thường phương pháp điện thế dựa trên phép đo sức điện động của pin ganvani tạo ra nhờ sự kết hợp các điện cực hoặc các nửa pin sau:

- điện cực chỉ thị, được nhúng vào dung dịch thử. Điện thế của nó phụ thuộc vào bản chất của mẫu và nồng độ của dung dịch thử;
- điện cực so sánh, hiển thị điện thế không đổi.

Sức điện động của pin ganvani như thế phụ thuộc vào nồng độ của dung dịch thử. Nếu điện thế của điện cực so sánh đối với điện cực hydro tiêu chuẩn đã biết, nồng độ của dung dịch thử có thể được tính từ giá trị đo của sức điện động. Tuy nhiên, nếu nồng độ của dung dịch thử thay đổi, như xảy ra trong lúc chuẩn độ, giá trị của sức điện động cũng sẽ thay đổi theo cách có thể xác định điểm cuối của chuẩn độ từ đồ thị điện thế dựa vào thể tích hoặc khối lượng của chất chuẩn độ thêm vào, hoặc dựa vào thời gian điện phân.

5.31.1 Xác định pH (GM 31.1)

5.31.1.1 Khái quát

Điện cực so sánh pin điện/dung dịch KCl bão hoà/dung dịch R/Pt-H₂. Để dung dịch R₁ và R₂ là các dung dịch đệm tiêu chuẩn có tương ứng: giá trị pH đã biết pH_{R1} và pH_{R2}; đo sự chênh lệch điện thế E₁ và E₂.

Nếu dung dịch R được thay thế bởi dung dịch thử có pH chưa biết, sự chênh lệch điện thế được đo liên quan đến pH của dung dịch thử.

Tất cả các phép đo được thực hiện ở cùng nhiệt độ và nồng độ dung dịch kali clorua, pH có thể được tính theo công thức:

$$\frac{E_1 - E_{test}}{S} + pH_{R1}$$

$$\frac{E_2 - E_{test}}{S} + pH_{R2}$$

trong đó

$$S \text{ là hệ số nghiêng } \left(\frac{mV}{pH} \right) = \frac{E - E_2}{pH_{R1} - pH_{R2}}$$

5.31.1.2 Thiết bị, dụng cụ

Thiết bị đo pH, gồm điện cực thủy tinh hoặc tốt hơn là điện cực hydro được nối với thiết bị đo milivon trở kháng cao có thang đo được hiệu chuẩn bằng đơn vị pH. Thiết bị này cho phép đọc trực tiếp pH bằng sự cảm ứng về chênh lệch điện thế giữa điện cực phụ thuộc pH (thủy tinh, antimon) và điện cực so sánh, hai điện cực đang được nối bởi một cầu dung dịch chất điện phân (ví dụ dung dịch KCl bão hòa).

5.31.1.3 Hiệu chuẩn

Hiệu chuẩn thiết bị đo pH bằng dung dịch tiêu chuẩn pH thích hợp (tiêu chuẩn hoạt độ ion hydro), một số được liệt kê dưới đây:

- a) dung dịch đệm tiêu chuẩn oxalat (RS) (4.2.12);
- b) dung dịch đệm tiêu chuẩn tatrát (RS) (4.2.17);
- c) dung dịch đệm tiêu chuẩn phtalat (RS) (4.2.14);
- d) dung dịch đệm tiêu chuẩn phosphat (RS) (4.2.13);
- e) dung dịch đệm tiêu chuẩn borat (4.2.2);
- f) dung dịch đệm tiêu chuẩn canxi hydroxyt (RS) (4.2.3).

Bảng 3 đưa ra các giá trị pH của dung dịch đệm tiêu chuẩn để cập ở trên trong dải nhiệt độ từ 15 °C đến 35 °C.

Bảng 3 – Các giá trị pH

Nhiệt độ °C	Dung dịch đệm tiêu chuẩn					
	a)	b)	c)	d)	e)	f)
15	1,67	-	4,00	6,90	9,27	12,81
20	1,68	-	4,00	6,88	9,22	12,63
25	1,68	3,56	4,01	6,86	9,18	12,45
30	1,69	3,55	4,01	6,85	9,14	12,30
35	1,69	3,55	4,02	6,84	9,10	12,14

5.31.1.4 Cách tiến hành

Ngoại trừ khi phép xác định được thực hiện với chính thuốc thử, phải chuẩn bị dung dịch thử có nồng độ qui định, sử dụng nước không có cacbon dioxit (xem 3.2).

Đồng thời phải chuẩn bị hai dung dịch đệm, có pH cao hơn hoặc thấp hơn pH dự đoán của dung dịch thử. Điều chỉnh nhiệt độ của ba dung dịch này và của điện cực so sánh đến $25\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Hiệu chuẩn thiết bị bằng hai dung dịch đệm, rửa điện cực đo với dung dịch đệm trước khi đọc số. Sau đó rửa điện cực bằng nước và tiếp theo bằng dung dịch thử, đo pH của dung dịch thử.

Để nhận được các kết quả chính xác, cần phải lặp lại phép đo với các phần dung dịch thử khác nhau, không cần rửa điện cực giữa các lần đọc liên tiếp cho đến khi số đọc pH giữ nguyên không đổi ít nhất trong 1 phút.

5.31.2 Chuẩn độ (GM 31.2)

5.31.2.1 Thiết bị, dụng cụ

5.31.2.1.1 Thiết bị đo điện thế hoặc đo pH, chính xác đến 2 mV, với điện cực làm việc hydro hoặc thủy tinh và điện cực so sánh calomen.

5.31.2.1.2 Buret.

5.31.2.1.3 Máy khuấy từ.

CHÚ THÍCH Ngoài ra, có thể sử dụng thiết bị chuẩn độ tự động.

5.31.2.2 Cách tiến hành

Cho các điện cực của thiết bị đo điện thế hoặc pH (5.31.2.1.1) vào dung dịch dung dịch thử và chuẩn độ nhanh, với khuấy trộn không đổi, khoảng 2 ml đến 3 ml từ điểm cuối; tiếp tục chuẩn độ bằng cách cho thêm các lượng nhỏ và bằng nhau chất chuẩn độ và ghi e.m.f hoặc pH sau mỗi lần cho thêm.

Điểm cuối xuất hiện khi ΔE là cực đại hoặc sự chênh lệch thứ hai ΔE là zero. Ví dụ điển hình đã cho trong Bảng 4.

Bảng 4 - Điểm cuối chuẩn độ điển hình

V	E	ΔE	ΔE
ml	mV	mV	mV
10,0	320	32	+ 10
10,5	352		
11,0	394	66	+ 24
11,5	460		
12,0	486	26	- 40
12,5	502		
		16	- 10

Thể tích V_E , tính bằng ml, của chất chuẩn độ tương ứng với điểm cuối tính theo công thức

$$V + V' \times \frac{a}{a - b}$$

trong đó

V là thể tích của chất chuẩn độ tương ứng với giá trị dương cuối cùng của ΔE (trong ví dụ 11,0 ml), tính bằng ml;

V' là thể tích cho thêm kế tiếp của chất chuẩn độ (trong ví dụ, 0,5 ml), tính bằng ml;

a là giá trị dương cuối cùng của ΔE (trong ví dụ, + 24);

b là giá trị âm đầu tiên của ΔE (trong ví dụ, - 40);

Do vậy, trong ví dụ

$$\begin{aligned} V_E &= 11,0 + 0,5 \times \frac{24}{24 + 40} \\ &= 11,19 \text{ ml} \end{aligned}$$

5.32 Phân tích cực phổ quét (GM 32)

5.32.1 Khái quát

Phân tích cực phổ quét đơn là một dạng phân cực phổ d.c sử dụng điện cực giọt thủy ngân. Phân cực bổ sung một xung điện vuông góc vào thời điểm cuối của chu kỳ giọt.

Nếu xảy ra phản ứng điện hoá, tín hiệu dòng điện dạng pic sẽ được biểu hiện trên bề mặt điện cực catot. Vị trí và chiều cao của pic phụ thuộc vào tốc độ quét thế. Do kích thước của giọt thủy ngân gần như không thay đổi nên dòng tụ điện được coi như rất nhỏ so với dòng Faraday. Phương pháp này thực hiện nhanh và cho độ nhạy hơn với so với cực phổ d.c thông thường

5.32.2 Cách tiến hành

Chuẩn bị dung dịch thử, có chứa lượng nhất định chất điện phân hỗ trợ, như đã mô tả trong qui định kỹ thuật đối với thuốc thử liên quan. Chuyển dung dịch này vào bình điện hoá, đặt vào bồn nước. Sục khí nitơ qua dung dịch để loại bỏ oxy và chọn điện thế khởi động và độ nhạy thích hợp. Ghi chiều cao pic thu được từ màn hình phát quang catot.

Những chi tiết thực nghiệm thích hợp đã cho trong qui định kỹ thuật đối với thuốc thử liên quan.

5.33 Von-ampe hoà tan anot (GM 33)

5.33.1 Khái quát

Phép đo điện lượng đảo hoặc khử anot (catot) được sử dụng đối với phép xác định các vết của các ion, đặc biệt vết của các kim loại nặng. Phương pháp này sử dụng điện cực tĩnh bao gồm giọt thủy ngân hoặc điện cực rắn được tạo thành, ví dụ, từ cacbon hoặc platin.

Trước hết, điện phân dung dịch tại thế không đổi, sử dụng tốc độ khuấy dung dịch không đổi. Các cation kim loại nặng sẽ bị khử thành kim loại và tạo thành hỗn hống trên bề mặt điện cực. Bản chất của quá trình này là quá trình làm giàu chất cần phân tích.

Sau đó thực hiện quét thế và ghi đường hoà tan von-ampe. Mỗi một kim loại có thể hoà tan đặc trưng, chiều cao của pic tỉ lệ với nồng độ của ion trong dung dịch và phụ thuộc vào điều kiện thực hiện thử nghiệm.

5.33.2 Cách tiến hành

Chuẩn bị dung dịch thử, bao gồm một lượng qui định của chất điện phân hỗ trợ, như đã mô tả trong qui định kỹ thuật đối với thuốc thử liên quan. Chuyển dung dịch này vào bình điện hoá sạch. Cho thanh khuấy từ vào dung dịch và khuấy với tốc độ không đổi. Lắp các điện cực vào dung dịch thử và sục khí nitơ qua dung dịch ít nhất trong 5 phút. Sử dụng điện thế khởi động thích hợp giữa các điện cực làm việc và đối chứng, điều chỉnh chu kỳ điện phân của thiết bị phân cực phổ có sẵn.

Những chi tiết thực nghiệm thích hợp đã cho trong qui định kỹ thuật đối với thuốc thử liên quan.

5.34 Sắc ký khí (GM 34)

Thực hiện phép xác định sử dụng sắc ký khí thích hợp và các điều kiện đã cho trong qui định kỹ thuật đối với thuốc thử liên quan.

CHÚ THÍCH ISO 2718 mô tả cách trình bày tiêu chuẩn đối với cách viết phương pháp phân tích hoá bằng sắc ký khí.

5.35 Xác định kim loại bằng cách chiết xuất dung môi theo AAS (GM 35)

Chuẩn bị 150 ml dung dịch thử, thêm lượng đáng kể axit axetic (R 1) hoặc dung dịch natri hydroxit 20 % để điều chỉnh pH đến 5. Chia dung dịch làm ba phần bằng nhau trong ba phễu chiết và cho vào hai phễu dung dịch tiêu chuẩn của các kim loại này để xác định đương lượng giới hạn và

TCVN 7764-1 : 2007

hai lần giới hạn, tương ứng. Xử lý hàm lượng của mỗi phễu trong ba phễu như sau: Cho dung dịch amoni pyrrolidin-1-cacbodithioat (APDC) 1 %, trộn, cho 10 ml 4-metylpentan-2-one vào trong 30 giây. Giữ để tách và loại bỏ lớp nước. Chuyển lớp hữu cơ vào bình định mức một vạch 1 và pha loãng đến vạch bằng etanol 95 % (*theo thể tích*). Sử dụng các dung dịch này để áp dụng GM 29.

5.36 Đo màu theo đơn vị Hazen (GM 36)

Đo theo phương pháp qui định trong ISO 2211.