

TCVN 3973-84.

MUỐI ĂN (NATRI CLORUA). PHƯƠNG PHÁP THỬ

- Cơ quan biên soạn: Cục Công nghiệp muối Bộ Công nghiệp thực phẩm
- Cơ quan đề nghị ban hành: : Bộ Công nghiệp thực phẩm
- Cơ quan trình duyệt Tổng cục tiêu chuẩn - Đo lường - Chất lượng
- Cơ quan xét duyệt và ban hành: Ủy ban Khoa học và Kỹ thuật Nhà nước
- Quyết định ban hành số 107/QĐ ngày 20/11/1984.

Tiêu chuẩn này quy định cách lấy mẫu và phương pháp xác định các chỉ tiêu cảm quan và hóa lý của muối ăn (Natri clorua - NaCl).

1. Lấy mẫu.

1.1. Chất lượng của một lô hàng muối được xác định dựa trên cơ sở kết quả phân tích mẫu trung bình của lô hàng.

Lô hàng muối là lượng muối cùng hạng, sản xuất theo cùng dây chuyền công nghệ, được giao nhận cùng một lần.

Mẫu trung bình được lấy từ các mẫu ban đầu của lô hàng. Trước khi lấy mẫu ban đầu, cần quan sát dạng bên ngoài, các tạp chất lạ, tình trạng bao bì.

1.2. Lấy mẫu ban đầu.

1.2.1. Gộp tất cả các mẫu ban đầu của lô hàng thành mẫu chung. Khối lượng mỗi mẫu ban đầu phải lấy sao cho khối lượng của mẫu chung không ít hơn 20kg.

1.2.2. Đối với muối rời đánh đống, muối rời chứa kho, muối rời trên toa tàu.

Mẫu ban đầu được lấy trên ba đường rãnh trở lên đào sâu 0,5m rộng 0,5m, dùng xẻng thọc sâu từ trên xuống vào trong lớp muối (không cào ngang) tại 9 điểm phân bố đều dọc theo đường rãnh.

Tại các lô hàng lớn khoảng 1.000 tấn trở lên thì khoảng 20 tấn lấy một

mẫu phân bố đều theo chiều cao, và theo mặt cắt ngang của lô hàng, lấy kết hợp trong quá trình bốc dỡ muối.

1.2.3. Đối với muối rời trong thuyền, trong sà lan.

Mẫu ban đầu được lấy 3 đợt khi dỡ hàng: lúc bắt đầu dỡ, sau khi dỡ được 1/4 và sau khi dỡ được 3/4 lô hàng - lấy 10 mẫu ở các vị trí khác nhau của thuyền hay sà lan.

Riêng thuyền 3 - 5 tấn, mỗi thuyền lấy ba mẫu.

1.2.4. Đối với muối bao gói lớn hay đống nhỏ.

Mẫu ban đầu được lấy trong 3% số bao hay đống nhưng không ít hơn 3 bao hay đống. Lấy theo kiểu chọn lựa phân đoạn tuần tự. Ví dụ lô hàng có 100 bao, lấy mẫu của các bao thứ 20, 50, 80, v.v...

1.3. Lấy mẫu trung bình.

Trộn đều mẫu trung, rải đều trên mặt phẳng sạch thành hình vuông, chia hình ô vuông theo đường chéo thành 4 phần tam giác, bỏ 2 phần đối diện, trộn đều hai phần còn lại, lặp lại quá trình chia mẫu như trên đến khi lượng mẫu còn lại khoảng 1,5kg. Đó là mẫu trung bình.

Chia mẫu trung bình thành 3 phần bằng nhau cho vào lọ có nút kín hay túi polyetylen hai lớp, hàn kín miệng, một mẫu chuyển đến phòng thí nghiệm để phân tích, một mẫu lưu để phân tích trọng tài, một mẫu lưu ở người giao hay nhận hàng.

Trên mẫu trung bình có dán nhãn ghi: tên cơ sở sản xuất, tên sản phẩm, hạng chất lượng, khối lượng lô hàng, ngày và nơi lấy mẫu, họ tên người lấy mẫu.

Cơ quan phân tích trọng tài và nơi bảo quản mẫu trọng tài theo sự thỏa thuận giữa bên giao và bên nhận.

Chú thích:

1. Mẫu chung thường được chia tới khối lượng 1,5kg (mẫu trung bình) để chia phần đều nhau ngay tại nơi lấy mẫu, trước khi đưa về phòng thí nghiệm.

2. Ở nơi nào có bốc dỡ muối bằng băng tải, máng trượt thì mẫu ban đầu được lấy khi muối rời khỏi đầu băng tải hay miệng máng trượt. Dùng khay có kích thước 0,6×0,6m sâu 0,05m hứng cất ngang qua cùng lúc dòng muối đang chảy đều. Khối lượng mẫu cũng lấy như trên.

1.4. Dụng cụ lấy mẫu.

Tất cả các dụng cụ lấy mẫu đều đảm bảo khô, sạch. Dụng cụ lấy mẫu và đựng mẫu gồm có: dao con, khay men hoặc khay nhựa cứng 50×50×20cm và 80×80×20cm nếu là khay gỗ phải có lót nylon, xèng gỗ (giống như xèng xúc cát) xèng xúc muối trong sản xuất muối phơi cát, các lọ có nút kín, các túi Polyetylen hai lớp có kích thước 20×25cm, dụng cụ khâu bao và hàn miệng túi, bao đay bao cói hai lớp (lớp trong là nylon) đựng mẫu muối ban đầu.

2. Phương pháp thử.

Trong tất cả các phép thử, dùng thuốc thử loại tinh khiết để phân tích.

2.1. Xác định màu sắc: Rải đều mẫu thử lên mặt phẳng, sạch màu trắng sao cho lớp muối dày 1cm; quan sát màu sắc.

2.2. Xác định mùi vị: Cân 5g muối hòa tan trong 100ml nước cất ở nhiệt độ phòng, nếm để xác định vị.

2.3. Xác định mùi: Cân 20g muối, nghiền trong cối sứ để ở nhiệt độ phòng rồi ngửi để xác định mùi.

2.4. Xác định hàm lượng ẩm.

2.4.1. Dụng cụ chén sứ có nắp.

Máy sấy có thể sấy ở nhiệt độ 1400C.

2.4.2. Tiến hành thử: Sấy chén sứ có nắp ở nhiệt độ 1400C làm nguội trong bình hút ẩm, cân chén, tiếp tục sấy chén tới khối lượng không đổi.

Cân khoảng 10g muối chính xác tới 0,01g cho vào chén sấy. Sấy muối ở nhiệt độ $140 \pm 100C$ trong 3 giờ. Lấy chén ra đậy nắp làm nguội trong bình hút ẩm rồi cân. Sấy tiếp 30 phút, cân cho tới khi chênh lệch giữa hai lần cân liên tiếp không quá 0,01g.

2.4.3. Tính kết quả: Hàm lượng ẩm của muối tính bằng phần trăm (X1)

tính theo công thức:

$$X1 = \frac{m1 - m2}{m} \cdot 100$$

Trong đó:

m1 : Khối lượng chén và muối trước khi sấy, tính bằng gam. *m2* : Khối lượng chén và muối sau khi sấy, tính bằng gam.

M : Lượng cân muối tính bằng gam.

2.5. Xác định hàm lượng tạp chất không tan trong nước.

2.5.1. Dụng cụ.

- Cân phân tích, độ chính xác 0,001g.

- Bình hút ẩm.

- Giấy lọc.

2.5.2. Tiến hành thử.

Cân 25g muối đã sấy khô (lấy muối đã sấy khô tới khối lượng không đổi) cho vào cốc có dung tích 400ml, dùng 100ml nước cất để hòa tan muối.

Dun sôi dung dịch trong 10 phút, đậy nắp bình và dung tiếp trong 30 phút, để nguội tới nhiệt độ phòng. Tiến hành lọc trên phễu có giấy lọc (giấy lọc đã sấy khô và biết khối lượng). Nước trắng và rửa được chuyển lên phễu lọc. Sau đó, tiến hành rửa chất không tan ngay trên giấy lọc nhiều lần bằng nước cất tới khi thử nước rửa bằng dung dịch bạc nitrat 0,1N, không thấy kết tủa trắng của bạc Clorua là được. Cho dung dịch lọc và rửa vào bình định mức có dung tích 500ml, để nguội và thêm nước cất tới vạch mức, lắc đều và để dung dịch này để phân tích các ion.

Giấy lọc và chất không tan được chuyển vào kính đồng hồ, sấy ở nhiệt độ $105 \pm 20C$ trong 3 giờ, sau đó làm nguội trong bình hút ẩm, rồi cân, lặp lại quá trình trên cho tới khi chênh lệch giữa hai lần cân liên tiếp không quá 0,001g.

2.5.3. Tính kết quả.

Hàm lượng tạp chất không tan trong nước tính bằng phần trăm chất khô (X2) theo công thức:

$$X2 = \frac{m1 - m2}{m} \cdot 100$$

Trong đó:

m1: Khối lượng giấy lọc và chất không tan đã sấy, tính bằng gam.

*m*₂: Khối lượng giấy lọc, tính bằng gam.

m: Lượng cân muối tính bằng gam.

Kết quả là trung bình cộng của 2 lần xác định song song.

2.6. Xác định hàm lượng ion Clo (Cl⁻).

2.6.1. Nguyên tắc: Chuẩn độ ion Clo bằng dung dịch bạc Nitrat (AgNO₃) với chỉ thị Kali Cromat (K₂CrO₄).

2.6.2. Thuốc thử và dụng cụ.

- Bạc Nitrat, dung dịch 0,1N.

- Kali Cromat, dung dịch 10%.

- Bình định mức 250ml.

2.6.3. Tiến hành thử: Lấy 25ml dung dịch muối từ bình định mức 500ml (điểm 2.5), cho vào bình định mức 250ml, pha loãng bằng nước cất tới vạch mức, lắc đều. Lấy 25ml dung dịch muối trong bình 250ml cho vào bình tam giác có dung tích 150ml, thêm 25ml nước cất, thêm 5 - 10 giọt Kali Cromat dung dịch 10% dung dịch có màu vàng nhạt. Chuẩn bằng dung dịch bạc Nitrat 0,1N, đến khi dung dịch chuyển sang màu đỏ bền.

2.6.4. Tính kết quả.

Hàm lượng ion Clo tính bằng phần trăm chất khô (X₃) theo công thức:

$$X_3 = \frac{0,0035 \cdot 200}{m} \cdot 100$$

Trong đó:

0,00355: Lượng ion Clo ứng với 1ml dung dịch AgNO₃ 0,1N tính bằng gam.

V: Thể tích AgNO₃ 0,1N tiêu tốn khi chuẩn tính bằng ml.

200: Hệ số pha loãng $\left(\frac{25}{500} \cdot \frac{25}{250} = \frac{1}{200} \right)$

Lấy kết quả trung bình cộng hai lần xác định song song. Chênh lệch kết quả giữa hai lần xác định song song nhỏ hơn 0,1%.

2.7. Xác định hàm lượng ion Sunfat (SO₄⁻) (Phương pháp trọng tài).

2.7.1. Nguyên tắc: Phương pháp này dựa trên cơ sở kết tủa SO₄⁻ dưới dạng Bari Sunfat bằng Bari Clorua, trong môi trường axit, nung và cân kết tủa, từ đó tính ra hàm lượng SO₄⁻.

2.7.2. Dụng cụ và thuốc thử.

- Axit Clohydric, dung dịch 10% (pH = 5 - 6).

- Bari Clorua, dung dịch 0,1N.

- Lò nung, có nhiệt độ nung 650 ± 50C.

2.7.3. Tiến hành thử.

Lấy 100ml nước muối trong bình định mức 500ml (điểm 2.5) cho vào cốc dung tích 200ml, thêm 3ml dung dịch HCl 10%, đun sôi đồng thời cũng đun 10ml dung dịch BaCl₂ đến gần sôi, rồi cho dung dịch BaCl₂ nóng vào dung dịch muối, dùng thìa thủy tinh khuấy dung dịch trong 3 phút, để nguội đến nhiệt độ phòng (cho vào phần trong của dung dịch mấy giọt BaCl₂, thấy không kết tủa là được).

Tiến hành lọc kết tủa bằng giấy lọc dày, trước hết lọc phần trong phía trên kết tủa, rồi thêm 25ml nước cất đun sôi vào cốc gạn lọc, làm như vậy 5 lần, sau đó chuyển hết kết tủa lên giấy lọc, tráng cốc và rửa kết tủa 5 lần bằng nước cất nóng cho tới khi nước lọc ra không có phản ứng Clo (thử bằng AgNO₃ 0,1N) là được.

Lấy giấy lọc có kết tủa BaSO₄ ra khỏi phễu và đặt lên kính đồng hồ, tiến hành sấy ở nhiệt độ 1050C trong vòng 1 giờ, sau đó chuyển kết tủa vào chén nung (chén khô đã biết khối lượng) có nắp. Nung chén có kết tủa ở nhiệt

độ 650 ± 50C trong 1 giờ, làm nguội trong bình hút ẩm, rồi cân kết tủa, lặp lại quá trình nung cân cho tới khi khối lượng chênh nhau dưới 0,001g là được.

2.7.4. Tính kết quả.

Hàm lượng Sufat tính bằng phần trăm chất khô (X₄) theo công thức:

$$X_4 = \frac{0.445.(m_1 - m_2).V}{m.v}$$

0,445 : Hệ số chuyển từ BaSO₄ ra SO₄⁻.

m₁: Khối lượng chén nung có kết tủa, tính bằng gam.

m₂: Khối lượng chén nung không có kết tủa, tính bằng gam.

m: Lượng cân mẫu muối tính bằng gam.

V: Dung tích bình định mức, tính bằng ml.

v: Thể tích dung dịch hút từ bình định mức, tính bằng ml.

Kết quả là trung bình cộng của 2 lần xác định song song, chênh lệch giữa 2 lần xác định song song không lớn hơn 0,1%.

2.8. Xác định hàm lượng ion Sunfat (SO₄⁻)

2.8.1. Nguyên tắc.

Dùng lượng Bari Clorua dự để kết tủa ion Sunfat SO₄⁻ của muối ở môi trường axit yếu (kết tủa BaSO₄).

Dùng Trilon B chuẩn các ion Ba⁺ + dư, Mg⁺ + và Ca⁺ + trong môi trường có NH₄OH - NH₄Cl (pH = 10), chất chỉ thị là Eriocrom T đen và Metyla đỏ.

Đồng thời cũng dùng Trilon B để chuẩn lượng dung dịch BaCl₂ đã dùng, chuẩn ion Ca⁺ +, Mg⁺ + của nước muối, có môi trường và chất chỉ thị như trên.

Từ 3 lần chuẩn sẽ tính được hàm lượng ion SO₄⁻.

2.8.2. Dụng cụ và thuốc thử.

- Dung dịch Trilon B 0,025M.
- Bari Clorua, dung dịch 0,05M.
- Dung dịch đệm NH₄OH - NH₄Cl, pH = 10.
- Dung dịch chỉ thị ET00 0,5%
- Metyla đỏ, dung dịch 0,2%.
- Axit Clohydric đậm đặc.
- Buret.

2.8.3. Tiến hành thử.

Lấy 20ml dung dịch nước muối trong bình định mức 500ml (điều 2,5) cho vào bình tam giác 250ml, thêm 30ml nước cất, 1 giọt dung dịch HCl đậm đặc, vừa lắc dung dịch vừa thêm 5ml dung dịch BaCl₂ khi có kết tủa trắng thì để yên dung dịch 1 - 2 phút nữa rồi thêm 2ml dung dịch đệm NH₄OH - NH₄Cl và 10 giọt ET100, 10 giọt Metyla đỏ. Dùng dung dịch Trilon B chuẩn đến khi dung dịch chuyển từ màu đỏ sang màu tro, rồi sang xanh lá cây thì dừng lại, ghi lượng Trilon B đã dùng (V1).

Lấy 20ml dung dịch nước muối trong bình định mức 500ml (điều 2,5) cho vào bình tam giác 250ml, lần lượt thêm 30ml nước cất, 2ml dung dịch Trilon B cho tới khi dung dịch chuyển màu như lần trước. Ghi lấy lượng Trilon B đã dùng (V2).

2.8.4. Tính kết quả.

Hàm lượng ion SO₄⁻ - tính bằng phần trăm chất khô (X₄) theo công thức:

$$X_4 = \frac{96.25.(v_1 + v_2 - v_1).M.100}{100.m}$$

Trong đó:

96: Phân tử lượng ion SO₄⁻.

25: Hệ số pha loãng $\frac{20}{500}$

V₁: Thể tích Trilon B chuẩn lần thứ nhất (chuẩn lượng Mg⁺ +, Ca⁺ + và Ba⁺ +), tính bằng ml.

V₂: Thể tích Trilon B dùng lần thứ 2 (chuẩn lượng 5ml dung dịch BaCl₂) tính bằng ml.

M: Nồng độ phân tử Trilon B.

m: Lượng cân mẫu muối, tính bằng g.

Kết quả cuối cùng là trung bình cộng giữa hai lần xác định song song, chênh lệch kết quả giữa hai lần xác định song song nhỏ hơn 0,5%.

2.9. Xác định hàm lượng ion Canxi (Ca²⁺).

2.9.1. Nguyên tắc.

Trong dung dịch nước muối có pH = 12 chất chỉ thị Canxein kết hợp với ion Canxi xuất hiện màu đỏ. Khi có Trilon B trong dung dịch, nó sẽ tạo thành phức chất với Canxi và đẩy Canxein ra ở dạng tự do, dung dịch chuyển sang màu vàng ánh xanh. Căn cứ vào lượng Trilon B tiêu hao, sẽ xác định được hàm lượng Canxi trong dung dịch.

2.9.2. Dụng cụ và thuốc thử.

- Trilon B, dung dịch 0,01N.
- Dung dịch chất chỉ thị Canxein 0,5%.
- Natri hydroxyt, dung dịch 1N.
- Buret.

2.9.3. Tiến hành thử.

Lấy 20ml dung dịch muối trong bình định mức 500ml (điểm 2.5), thêm 30ml nước cất, 5ml NaOH 1N, 1 giọt Canxein 0,5%. Tiến hành chuẩn độ thử một màu để biết Trilon B cần dùng.

Chuẩn bị lại mẫu thí nghiệm như trên rồi cho vào dung dịch khoảng 90% lượng Trilon B đã ghi được ở mẫu thử trên. Sau đó thêm 5ml dung dịch

NaOH 1N và 4 giọt Canxein 0,5%. Dùng Buret vì lượng tiếp tục chuẩn bằng Trilon B cho đến khi dung dịch chuyển từ màu đỏ sang màu vàng ánh xanh, ghi lấy tổng lượng dung dịch Trilon B đã dùng 2 lần.

2.9.4. Tính kết quả.

Hàm lượng Canxi tính bằng phần trăm chất khô (X5) theo công thức:

$$X5 = \frac{0.0004.V1.500}{V2.m} . 100$$

Trong đó:

0,0004 : Lượng Canxi tương ứng với 4ml Trilon B, tính bằng gam.

V1: Thể tích dung dịch Trilon B 0,01N tiêu tốn khi chuẩn, tính bằng ml.

V2: Thể tích dung dịch muối được lấy từ bình định mức, tính bằng ml.

500: Dung tích bình định mức, tính bằng ml.

m: Lượng cân mẫu muối, tính bằng gam.

Kết quả cuối cùng là trung bình cộng của kết quả 2 lần xác định song song, chênh lệch giữa 2 lần xác định song song nhỏ hơn 0,05%.

2.10. Xác định hàm lượng ion Magiê (Mg²⁺).

2.10.1. Nguyên tắc.

Phương pháp này dựa trên cơ sở chuẩn độ tổng lượng Ca²⁺, Mg²⁺ bằng dung dịch Trilon B, chất chỉ thị là Criocrom T đen trong môi trường pH = 10, kết hợp với phương pháp xác định Canxi (điểm 2.9) sẽ xác định được hàm lượng Magiê.

2.10.2. Dụng cụ và thuốc thử.

- Trilon B, dung dịch 0,01N.
- Tinh thể Criocrom T đen.
- Dung dịch đệm NH₄OH - NH₄Cl; pH = 10.
- Buret.

2.10.3. Tiến hành thử.

Lấy 20ml dung dịch nước muối trong bình định mức 500ml (điểm

2.5) cho vào bình tam giác 250ml, thêm 30ml nước cất, 10ml dung dịch đệm pH = 10, vài tinh thể ETOO.

Dùng Trilon B 0,01N chuẩn cho đến khi dung dịch chuyển từ màu đỏ tím sang xanh hoàn toàn, ghi lại lượng Trilon B đã dùng.

2.10.4. Tính kết quả.

Hàm lượng ion Magiê tính bằng phần trăm chất khô (X6) theo công thức:

$$X6 = \frac{0.00024.(V2 - V1).500}{V.m} .100$$

Trong đó:

0,00024 : Lượng Magiê tương ứng với 1ml Trilon B 0,01N, tính bằng gam.

V1: Lượng Trilon B dung dịch 0,01N dùng chuẩn Mg⁺⁺, tính bằng ml.

V2: Lượng Trilon B dung dịch 0,01N đã chuẩn Ca⁺⁺, tính bằng ml (điểm 2.9 cùng lượng mẫu như xác định Mg⁺⁺).

V: Thể tích dung dịch muối lấy từ bình định mức, tính bằng ml.

m: Lượng cân mẫu muối, tính bằng g.

Kết quả cuối cùng là trung bình cộng của kết quả 2 lần xác định song song, chênh lệch kết quả giữa 2 lần xác định song song không lớn hơn 0,5%.

2.11. Xác định hàm lượng ion Kali (K⁺).

2.11.1. Nguyên tắc.

Trong môi trường axit yếu, Tetraphenyl Borat Natri có phản ứng với ion K⁺ cho kết tủa trắng tan rất ít trong nước. Sấy và kết tủa để xác định hàm lượng Kali.

2.11.2. Dụng cụ và thuốc thử.

- Tetraphenyl Borat Natri.

Cân 3g Tetraphenyl Borat Natri NaB(C₆H₅)₄ và 0,5g Nitrat nhôm Al(NO₃)₃ hòa tan trong nước cất thành dung dịch có dung tích 10ml để qua 1 đêm (chỉ pha trước khi dùng);

- Axit Axetic, dung dịch 1N.

Dung dịch rửa: dùng 100ml nước cất pha thêm 2ml dung dịch tetraphenyl Borat Natri 3% và 2ml dung dịch axit Axetic 1N.

- Phễu lọc xốp số 4.

2.11.3. Tiến hành thử.

Lấy 20ml dung dịch nước muối trong bình định mức 500ml (điểm 2.5) cho vào bình định mức 250ml, thêm nước tới vạch.

Lấy 50ml dung dịch trong bình định mức 250ml trên, cho vào cốc dung tích 150ml axit hóa bằng 5ml dung dịch axit Axetic 1N, đem đun nóng ở 40 - 50°C cho từ từ 10ml dung dịch Tetraphenyl Borat Natri 3%. Khuấy mạnh rồi làm nguội bằng nước tới nhiệt độ phòng.

Dùng phễu xốp số 4 (đã sấy tới khối lượng không đổi ở nhiệt độ 120 ± 50°C. Lọc lấy kết tủa. Rửa kết tủa ngay trên phễu 4 lần, mỗi lần 3ml dung dịch rửa và 3 lần nước cất, mỗi lần 3ml, hút khô kết tủa, sấy kết tủa (cả phễu) ở nhiệt độ 120 ± 50°C trong 1 giờ, làm nguội trong bình hút ẩm rồi cân.

Lặp lại quá trình sấy, làm nguội và cân tới khối lượng không đổi.

2.11.4. Tính kết quả.

Hàm lượng ion Kali tính bằng phần trăm chất khô (X7) theo công thức:

$$X7 = \frac{0.1091.125.M.100}{m}$$

Trong đó:

0,1091: Hệ số tính chuyển Kali từ NaB(C₆H₅)₄.

125: Hệ số pha loãng $\frac{20}{500} \cdot \frac{50}{250} = \frac{1}{125}$

M: Khối lượng kết tủa, tính bằng gam.

m: Lượng cân mẫu muối, tính bằng gam.

Kết quả cuối cùng là trung bình cộng của kết quả 2 lần xác định song song, chênh lệch kết quả giữa 2 lần xác định song song nhỏ hơn 0,5%.

2.12. Xác định hàm lượng ion Natri (Na⁺).

2.12.1. Nguyên tắc.

Dùng Antimonat Kali $K_2H_2Sb_2O_7$ để kết tủa Natri trong môi trường trung tính hay axit yếu, hòa tan kết tủa trong hỗn hợp axit Clohydric và Iodua Kali rồi dùng Thiosulfat Natri để định phân lốt tự do, từ đó tính ra hàm lượng Na^+ .

Trước hết phải loại các ion Mg^{++} , Ca^{++} khỏi dung dịch bằng cách cho dung dịch tác dụng với 8 Oxy Quinolin để kết tủa $Mg(C_9H_6NO_2)_2 \cdot 4H_2O$.

Để giảm độ hòa tan của $Na_2H_2Sb_2O_7 \cdot 4H_2O$ trong nước, quá trình kết tủa được tiến hành trong dung dịch Etanola.

2.12.2. Dụng cụ và thuốc thử.

- Dung dịch 8 oxy Aninolin 2% trong Etanola.

- Dung dịch tạo kết tủa: lấy 20g Antimonat Kali hòa tan trong 1 lít nước cất sôi, làm nguội và thêm vào đó 1g KOH, để qua một đêm, nếu có vẩn

đục phải lọc.

- Natri Thiosulfat, dung dịch 0,05N.

- Etanola khan.

- Axit Clohydric đậm đặc.

- Kali Iodua tinh thể.

- Hồ tinh bột, dung dịch 0,5% Amoni Hydroxyt dung dịch 10%.

- Nồi cách thủy.

2.12.3. Tiến hành thử.

Lấy 20ml dung dịch nước muối trong bình định mức 500ml (điểm 2.5) cho vào cốc dung tích 150ml, đun sôi nhẹ (khi sủi tăm) thêm 10ml dung dịch 8 Oxy Aninolin 2% và nhỏ thêm khoảng 0,3ml dung dịch NH_4OH 10% đun cách thủy cho dung dịch sôi trong 1 - 2 phút; để nguội, lọc kết tủa trên phễu số 4, dùng 100ml nước cất chia làm nhiều lần để rửa kết tủa (như vậy đã loại được 2 ion Mg^{++} và Ca^{++} ra khỏi dung dịch).

Đem dung dịch lọc rửa ở trên cô đặc tới thể tích 25ml, rồi nhỏ vào đó 25ml cồn Etanola khan.

Đun hỗn hợp trên nồi cách thủy và cho từ từ 25ml dung dịch $K_2H_2Sb_2O_7$ vừa cho vào vừa khuấy. Khi thấy có kết tủa tạo thành thì cho nhanh hơn.

Để yên ở nhiệt độ phòng trong 1 giờ rồi lọc kết tủa trên phễu số 4, dung 40ml dung dịch Etanola rửa 7 lần.

Chuyển toàn bộ kết tủa trên phễu vào cốc có dung tích 150ml và hòa tan kết tủa bằng 8ml HCl đặc, lấy nước cất rửa phễu lọc thành cốc và thêm nước cất để dung dịch xấp xỉ 50ml. Cho vào dung dịch 1g tinh thể KI để yên trong 5 phút rồi chuẩn độ bằng dung dịch Thiosulfat Natri cho đến khi dung dịch có màu vàng nhạt. Thêm 5ml chất chỉ thị hồ tinh bột 0,5% lắc và tiếp tục chuẩn cho tới khi dung dịch hết màu.

2.12.4. Tính kết quả.

Hàm lượng ion Natri tính bằng phần trăm chất khô (X9) theo công thức:

$$X9 = \frac{V.N \cdot \frac{23}{2} \cdot 500 \cdot 100}{v.m}$$

Trong đó:

V: Thể tích $Na_2S_2O_3$ tiêu tốn khi chuẩn, tính bằng ml.

N: Nồng độ đương lượng của $Na_2S_2O_3$.

v: Lượng nước muối đã lấy, tính bằng ml.

m: Lượng cân mẫu muối, tính bằng gam.

$\frac{23}{2}$: Hệ số tính chuyển ra Natri.

500: Dung tích bình định mức, tính bằng ml.

Kết quả cuối cùng là trung bình cộng của kết quả 2 lần xác định song song, chênh lệch giữa 2 lần xác định song song không lớn hơn 0,1%.

2.13. Cách biểu thị thành phần muối ăn.

Khi có kết quả phân tích hàm lượng các ion có trong muối ăn như trên, cần biểu thị ra các hợp chất như sau:

- Cho Ca^{++} kết hợp với SO_4^{--} biểu thị thành CaSO_4 .
- Lấy tổng lượng SO_4^{--} trừ đi lượng SO_4^{--} kết hợp với Ca^{++} , phần còn lại kết hợp với MgSO_4
- Lấy tổng lượng Mg^{++} trừ đi Mg^{++} kết hợp với SO_4^{--} , phần còn lại kết hợp với Clơ thành MgCl .

Tóm tắt cách biểu thị thành phần muối ăn.

Cation Anion	Ca^{++}	Mg^{++}	K^+	Na^+
SO_4^{--} Cl-	CaSO_4	MgSO_4 MgCl_2	KCl	NaCl

Chú thích: Hàm lượng Natri xác định theo phương pháp trên (điểm 2.12) có thể cho kết hợp với Clơ để biểu thị thành phần NaCl . Nếu thấy khớp với kết quả trên là được. Nếu không khớp thì dùng số liệu đó để tham khảo.
