Ký bởi: Bộ Công Thương
Cơ quan: Bộ Công thương
Thời gian ký: 28.12.2020 14:40

| BỘ CÔNG THƯƠNG | CỘNG HOÀ XÃ HỘI CHỦ NGHĨA VIỆT NAM |
|---|---|
| | **Độc lập – Tự do – Hạnh phúc** |
| Số: 47 /2020/TT-BCT | *Hà Nội, ngày 21 tháng 12 năm 2020* |

# THÔNG TƯ
## Ban hành Quy chuẩn kỹ thuật quốc gia về chất lượng tiền chất thuốc nổ sử dụng để sản xuất vật liệu nổ công nghiệp

*Căn cứ Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật ngày 29 tháng 6 năm 2006;*

*Căn cứ Luật Chất lượng sản phẩm, hàng hóa ngày 21 tháng 11 năm 2007;*

*Căn cứ Luật Quản lý, sử dụng vũ khí, vật liệu nổ và công cụ hỗ trợ ngày 20 tháng 6 năm 2017;*

*Căn cứ Luật Hóa chất ngày 21 tháng 11 năm 2007;*

*Căn cứ Nghị định số 127/2007/NĐ-CP ngày 01 tháng 8 năm 2007 của Chính phủ quy định chi tiết thi hành một số điều của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật; Nghị định số 78/2018/NĐ-CP ngày 16 tháng 5 năm 2018 của Chính phủ sửa đổi, bổ sung một số điều của Nghị định số 127/2007/NĐ-CP ngày 01 tháng 8 năm 2007 của Chính phủ quy định chi tiết thi hành một số điều Luật Tiêu chuẩn và quy chuẩn kỹ thuật;*

*Căn cứ Nghị định số 132/2008/NĐ-CP ngày 31 tháng 12 năm 2008 của Chính phủ quy định chi tiết thi hành một số điều của Luật Chất lượng sản phẩm, hàng hóa; Nghị định số 74/2018/NĐ-CP ngày 15 tháng 5 năm 2018 của Chính phủ sửa đổi, bổ sung một số điều của Nghị định số 132/2008/NĐ-CP ngày 31 tháng 12 năm 2008 của Chính phủ quy định chi tiết thi hành một số điều Luật Chất lượng sản phẩm, hàng hóa;*

*Căn cứ Nghị định số 98/2017/NĐ-CP ngày 18 tháng 8 năm 2017 của Chính phủ quy định chức năng, nhiệm vụ, quyền hạn và cơ cấu tổ chức của Bộ Công Thương;*

*Theo đề nghị của Cục trưởng Cục Hóa chất;*

*Bộ trưởng Bộ Công Thương ban hành Thông tư ban hành Quy chuẩn kỹ thuật quốc gia về chất lượng tiền chất thuốc nổ sử dụng để sản xuất vật liệu nổ công nghiệp.*

**Điều 1.** Ban hành kèm theo Thông tư này Quy chuẩn kỹ thuật quốc gia về chất lượng tiền chất thuốc nổ sử dụng để sản xuất vật liệu nổ công nghiệp.

Ký hiệu QCVN 04 :2020/BCT.

**Điều 2.** Thông tư này có hiệu lực thi hành từ ngày 01 tháng 01 năm 2022.

**Điều 3. Tổ chức thực hiện**

1. Cục trưởng Cục Hóa chất có trách nhiệm tổ chức hướng dẫn và triển khai thực hiện Thông tư này.

2. Chánh Văn phòng Bộ; Cục trưởng Cục Hóa chất; Giám đốc Sở Công Thương các tỉnh, thành phố trực thuộc Trung ương; Thủ trưởng các cơ quan, tổ chức và cá nhân có liên quan chịu trách nhiệm thi hành Thông tư này.

3. Trong quá trình thực hiện, nếu phát sinh vướng mắc, cơ quan, tổ chức, cá nhân kịp thời phản ánh bằng văn bản về Bộ Công Thương để được hướng dẫn hoặc nghiên cứu sửa đổi, bổ sung cho phù hợp./.

***Nơi nhận:***
- Thủ tướng, các Phó Thủ tướng Chính phủ;
- Các Bộ, cơ quan ngang Bộ, cơ quan thuộc CP;
- Lãnh đạo Bộ Công Thương;
- Các đơn vị thuộc Bộ Công Thương;
- UBND các tỉnh, thành phố trực thuộc TW;
- Sở Công Thương các tỉnh, thành phố trực thuộc TW;
- Cục Kiểm tra VBQPPL (Bộ Tư pháp);
- Cục Kiểm soát thủ tục hành chính Bộ Tư pháp;
- Công báo;
- Website Chính phủ, Bộ Công Thương;
- Lưu: VT, PC, HC.

**BỘ TRƯỞNG**

BỘ CÔNG THƯƠNG

**Trần Tuấn Anh**

CỘNG HÒA XÃ HỘI CHỦ NGHĨA VIỆT NAM

# QCVN 04 : 2020/BCT

# QUY CHUẨN KỸ THUẬT QUỐC GIA VỀ CHẤT LƯỢNG TIỀN CHẤT THUỐC NỔ SỬ DỤNG ĐỂ SẢN XUẤT VẬT LIỆU NỔ CÔNG NGHIỆP

***National Technical Regulations on quality of explosives precursors used for production of industrial explosive materials***

HÀ NỘI - 2020

**Lời nói đầu**

QCVN 04 :2020/BCT do Tổ soạn thảo xây dựng, Cục Hóa chất trình duyệt, Bộ Khoa học và Công nghệ thẩm định, Bộ trưởng Bộ Công Thương ban hành kèm theo Thông tư số: 47 /2020/TT-BCT, ngày 21 tháng 12 năm 2020.

# QUY CHUẨN KỸ THUẬT QUỐC GIA VỀ CHẤT LƯỢNG TIỀN CHẤT THUỐC NỔ SỬ DỤNG ĐỂ SẢN XUẤT VẬT LIỆU NỔ CÔNG NGHIỆP

***National Technical Regulations on quality of explosives precursors used for production of industrial explosive materials***

## I. Quy định chung

### 1. Phạm vi điều chỉnh

Quy chuẩn kỹ thuật này quy định về yêu cầu kỹ thuật, phương pháp thử, quản lý đối với các tiền chất thuốc nổ Natri nitrat, Natri clorat, Kali nitrat, Kali clorat, Kali perclorat có mã HS theo Phụ lục 1 của Quy chuẩn này, được sử dụng để sản xuất vật liệu nổ công nghiệp (sau đây viết tắt là tiền chất thuốc nổ), được sản xuất, nhập khẩu, kinh doanh, bảo quản trên lãnh thổ Việt Nam.

### 2. Đối tượng áp dụng

Quy chuẩn kỹ thuật này áp dụng đối với tổ chức, doanh nghiệp sản xuất, nhập khẩu, kinh doanh, bảo quản tiền chất thuốc nổ, các cơ quan quản lý nhà nước và các tổ chức, doanh nghiệp khác có liên quan.

## II. Quy định về kỹ thuật

### 1. Tài liệu viện dẫn

1.1. QCVN 01:2019/BCT Quy chuẩn kỹ thuật quốc gia về an toàn trong sản xuất, thử nghiệm, nghiệm thu, bảo quản, vận chuyển, sử dụng, tiêu hủy vật liệu nổ công nghiệp và bảo quản tiền chất thuốc nổ.

1.2. TCVN/QS 934:2014 Thuốc nổ công nghiệp - Natri nitrat, phương pháp thử.

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

1.4. TCVN-3:2007 (ISO 6353-3:1987) - Thuốc thử dùng trong phân tích hóa học - Phần 3: Yêu cầu kỹ thuật - Seri thứ hai

1.5. TCVN 3798:1983 - Natri hidroxit kỹ thuật - Phương pháp so màu xác định hàm lượng Natri clorat.

1.6. ISO 3199:1975 - Phương pháp chuẩn độ đicromat.

1.7. TCVN 4560:1988 - Nước thải - Phương pháp xác định cặn không tan trong nước thải.

## 2. Yêu cầu kỹ thuật

Tiền chất thuốc nổ phải đạt các yêu cầu kỹ thuật quy định tại Bảng 1 đến Bảng 5.

**Bảng 1 - Chỉ tiêu kỹ thuật của natri nitrat**

| STT | Chỉ tiêu | Yêu cầu kỹ thuật | Phương pháp thử | Phương pháp trọng tài |
|---|---|---|---|---|
| 1 | Độ tinh khiết, % | ≥ 98,5 | - TCVN/QS 934:2014<br>- TCVN-3:2007<br>(ISO 6353-3:1987) | - TCVN/QS 934:2014 |
| 2 | Độ ẩm, % | ≤ 1,8 | TCVN/QS 934:2014 | - |
| 3 | Cặn không tan trong nước, % | ≤ 0,15 | TCVN/QS 934:2014 | - |

**Bảng 2 - Chỉ tiêu kỹ thuật của natri clorat**

| STT | Chỉ tiêu | Yêu cầu kỹ thuật | Phương pháp thử | Phương pháp trọng tài |
|---|---|---|---|---|
| 1 | Độ tinh khiết, % | ≥ 84,0 | - TCVN 3798:1983<br>- ISO 3199:1975<br>- Phụ lục 2 Quy chuẩn này | TCVN 3798:1983 |
| 2 | Độ ẩm, % | ≤ 1,5 | Phụ lục 2 Quy chuẩn này | |
| 3 | Cặn không tan trong nước, % | ≤ 0,01 | | |
| 4 | Hàm lượng $Cl^-$, % | ≤ 0,15 | | |

**Bảng 3 - Chỉ tiêu kỹ thuật của kali nitrat**

| STT | Chỉ tiêu | Yêu cầu kỹ thuật | Phương pháp thử |
|---|---|---|---|
| 1 | Độ tinh khiết, % | ≥ 98,5 | Phụ lục 3 Quy chuẩn này |
| 2 | Độ ẩm, % | ≤ 1,5 | |
| 3 | Cặn không tan trong nước, % | ≤ 0,15 | |
| 4 | Hàm lượng $Cl^-$, % | ≤ 0,15 | |

**Bảng 4 - Chỉ tiêu kỹ thuật của kali clorat**

| STT | Chỉ tiêu | Yêu cầu kỹ thuật | Phương pháp thử |
|---|---|---|---|
| 1 | Độ tinh khiết, % | ≥ 98,5 | Phụ lục 4 Quy chuẩn này |
| 2 | Độ ẩm, % | ≤ 1,5 | |
| 3 | Cặn không tan trong nước, % | ≤ 0,15 | |

**Bảng 5 - Chỉ tiêu kỹ thuật của kali perclorat**

| STT | Chỉ tiêu | Yêu cầu kỹ thuật | Phương pháp thử |
|---|---|---|---|
| 1 | Độ tinh khiết, % | ≥ 98,5 | Phụ lục 5 Quy chuẩn này |
| 2 | Độ ẩm, % | ≤ 1,5 | |
| 3 | Cặn không tan trong nước, % | ≤ 0,15 | |

**2. Ghi nhãn, bảo quản**

2.1. Ghi nhãn

Ghi nhãn hóa chất theo quy định tại Nghị định số 43/2017/NĐ-CP ngày 14 tháng 4 năm 2017 của Chính phủ về nhãn hàng hóa và các quy định ghi nhãn hiện hành.

2.2. Bảo quản: Thực hiện theo quy định tại QCVN 01:2019/BCT.

**3. Phương pháp thử**

Các Phương pháp thử và phương pháp trọng tài thực hiện theo quy định tại Bảng 1 đến Bảng 5 của Quy chuẩn này.

Phương phác xác định hàm lượng $NaNO_2$ và phương phác xác định hàm lượng sắt tại TCVN/QS 934:2014 tại Bảng 1 có thể thực hiện phương pháp thử nghiệm thay thế như Phụ lục 6 của Quy chuẩn này.

**III. Quy định về quản lý**

**1. Quy định về công bố hợp quy**

1.1. Tiền chất thuốc nổ trước khi đưa ra lưu thông trên thị trường Việt Nam phải được công bố hợp quy phù hợp với Quy chuẩn này.

1.2. Việc công bố hợp quy đối với tiền chất thuốc nổ được thực hiện theo các quy định về hàng hoá nhóm 2 tại Thông tư số 36/2019/TT-BCT ngày 29 tháng 11 năm 2019 của Bộ trưởng Bộ Công Thương quy định quản lý chất lượng sản phẩm, hàng hoá thuộc trách nhiệm quản lý của Bộ Công Thương.

**2. Quy định về đánh giá sự phù hợp, sử dụng dấu hợp quy**

2.1. Việc đánh giá sự phù hợp

- Hoạt động nhập khẩu tiền chất thuốc nổ: Thực hiện theo phương thức 7 quy định tại Phụ lục II của Thông tư số 28/2012/TT-BKHCN ngày 12 tháng 12 năm 2012 của Bộ trưởng Bộ Khoa học và Công nghệ quy định về công bố hợp chuẩn, công bố hợp quy và phương thức đánh giá sự phù hợp với tiêu chuẩn, quy chuẩn kỹ thuật (sau đây gọi tắt là Thông tư số 28/2012/TT-BKHCN) và Thông tư số 02/2017/TT-BKHCN ngày 31 tháng 3 năm 2017 của Bộ trưởng Bộ Khoa học và Công nghệ sửa đổi, bổ sung một số điều của Thông tư số 28/2012/TT-BKHCN (sau đây gọi tắt là Thông tư số 02/2017/TT-BKHCN).

- Hoạt động sản xuất tiền chất thuốc nổ trong nước: Thực hiện theo phương thức 5 quy định tại Phụ lục II của Thông tư số 28/2012/TT-BKHCN và Thông tư số 02/2017/TT-BKHCN.

2.2. Tổ chức đánh giá sự phù hợp, trình tự, thủ tục chỉ định tổ chức đánh giá sự phù hợp theo quy định về hàng hoá nhóm 2 tại Thông tư số 36/2019/TT-BCT.

2.3. Việc sử dụng dấu hợp quy phải tuân thủ theo khoản 2 Điều 4 Thông tư số 28/2012/TT-BKHCN.

**3. Kiểm tra chất lượng tiền chất thuốc nổ nhập khẩu**

Tiền chất thuốc nổ nhập khẩu phải thực hiện kiểm tra nhà nước về chất lượng hàng hóa nhập khẩu theo quy định tại Thông tư số 36/2019/TT-BCT ngày 29 tháng 11 năm 2019.

**IV. Trách nhiệm của tổ chức, doanh nghiệp**

1. Tổ chức, doanh nghiệp sản xuất, nhập khẩu, kinh doanh tiền chất thuốc nổ phải bảo đảm chất lượng theo quy định của pháp luật về chất lượng sản phẩm hàng hóa và các quy định tại Quy chuẩn này.

2. Tổ chức, doanh nghiệp sau khi công bố hợp quy phải đăng ký bản công bố hợp quy tại Sở Công Thương nơi tổ chức, doanh nghiệp đăng ký hoạt động sản xuất theo quy định tại khoản 2 Điều 12 Thông tư số 36/2019/TT-BCT ngày 29 tháng 11 năm 2019 của Bộ trưởng Bộ Công Thương quy định quản lý chất lượng sản phẩm, hàng hoá thuộc trách nhiệm quản lý của Bộ Công Thương.

**V. Tổ chức thực hiện**

1. Cục Hóa chất có trách nhiệm phối hợp với các cơ quan, đơn vị có liên quan hướng dẫn, kiểm tra việc thực hiện Quy chuẩn này.

2. Tổng cục Quản lý thị trường có trách nhiệm tổ chức và chỉ đạo lực lượng Quản lý thị trường kiểm tra, kiểm soát và xử lý vi phạm quy định về chất lượng tiền chất thuốc nổ lưu thông trên thị trường theo quy định của pháp luật và Quy chuẩn này.

3. Sở Công Thương các tỉnh, thành phố trực thuộc Trung ương có trách nhiệm phối hợp với các cơ quan, đơn vị có liên quan hướng dẫn, kiểm tra việc thực hiện Quy chuẩn này trên địa bàn quản lý.

4. Trường hợp các văn bản quy phạm pháp luật, tài liệu, tiêu chuẩn được viện dẫn trong Quy chuẩn này có sự thay đổi, bổ sung hoặc thay thế thì thực hiện theo quy định tại văn bản mới./.

## Phụ lục 1

## Mã HS - tiền chất thuốc nổ sử dụng để sản xuất vật liệu nổ công nghiệp

| TT | Tên tiền chất thuốc nổ | Mã HS |
|---|---|---|
| 1 | Natri nitrat | 2834.29.90 |
| 2 | Kali nitrat | 2834.21.00 |
| 3 | Natri clorat | 2829.11.00 |
| 4 | Kali clorat | 2829.19.00 |
| 5 | Kali perclorat | 2829.90.90 |

## Phụ lục 2

## Phương pháp thử nghiệm chỉ tiêu kỹ thuật của natri clorat

### 1. Xác định hàm lượng $NaClO_3$, $Cl^-$, hợp chất không tan trong nước

*1.1. Chuẩn bị hóa chất và dụng cụ*

a. Hóa chất

- Dung dịch NaBr 10%
- Dung dịch chuẩn $Na_2S_2O_3$ 0.1N
- Dung dịch chuẩn $AgNO_3$ 0,1N
- Dung dịch chỉ thị $K_2CrO_4$ 5%

b. Dụng cụ

- Bình tam giác 500 ml,
- Bình định mức 250 ml,
- Pipet 10ml, buret
- Ống đong 100 ml

*1.2. Cách tiến hành*

***1.2.1 Xác định hàm lượng $NaClO_3$***

- Cân khoảng 1g $NaClO_3$, hòa tan và định mức thành 250ml, ta được dung dịch A

- Lấy chính xác 10ml dung dịch A cho vào bình nón có nút nhám 500ml, thêm 20ml NaBr 10%, 25ml HCl đặc, đậy nút và lắc đều, để yên trong tối khoảng 5 phút. Thêm cẩn thận 20ml nước cất nguội, 20ml KI 10%, chuẩn độ bằng dung dịch $Na_2S_2O_3$ 0.1N tới khi dung dịch có màu vàng rơm, thêm chỉ thị hồ tinh bột, dung dịch có màu xanh tím, chuẩn độ tiếp tới khi mất màu, hết V ml.

$$ClO_3^- + 6Br^- + H^+ \rightarrow 3Br^- + Cl^- + 4H_2O$$

$$Br_2 + 2I^- \rightarrow Br^- + I_2$$

$$I_2 + 2S_2O_3^{2-} \rightarrow S_4O_6^- + 2I^-$$

***Tính toán kết quả***

$$NaClO_3\ (\%) = \frac{V \times N \times 106.45 \times 250 \times 100}{6 \times 1000 \times 10 \times m} = \frac{4.435 \times V}{m}$$

Trong đó:

V - Thể tích natri thiosunfat tiêu tốn cho chuẩn độ, ml

m - Khối lượng mẫu cân

Thí nghiệm được lặp lại 03 lần, chênh lệch kết quả giữa 03 lần phân tích của một mẫu không vượt quá 0,2%.

Kết quả phân tích là giá trị trung bình của 03 lần phân tích trên.

***1.2.2. Xác định hàm lượng NaCl***

Cân khoảng 10 gam mẫu trên cân phân tích, cho vào bình tam giác dung tích 250 ml.Thêm 50 ml $H_2O$ cất, lắc cho mẫu tan hoàn toàn. Điều chỉnh pH = 7-8, thêm 1ml chỉ thị $K_2CrO_4$ 5%, chuẩn độ bằng bạc nitrat 0.1N tới khi dung dịch chuyển sang màu đỏ nâu, hết $V_1$ml.

$$Ag^+ + Cl^- \rightarrow AgCl \downarrow \text{(trắng)}$$

$$Ag^+ \text{(dư)} + CrO_4^- \rightarrow Ag_2CrO_4 \text{ (đỏ nâu)}$$

***Tính toán kết quả***

$$NaCl(\%) = \frac{V \times N \times 0{,}05844}{G} \times 100$$

Trong đó:

G: Khối lượng mẫu (g).

N: Nồng độ đương lượng của $AgNO_3$.

V: Thể tích dung dịch $AgNO_3$ tiêu tốn khi chuẩn mẫu (ml)

0,05844: Là mili đương lượng gam của NaCl.

Thí nghiệm được lặp lại 03 lần, chênh lệch kết quả giữa 03 lần phân tích của một mẫu không vượt quá 0,005%.

Kết quả phân tích là giá trị trung bình của 03 lần phân tích trên.

**3. Xác định hàm lượng chất không tan trong nước**

Cân khoảng 25 gam mẫu thử (chính xác 0,0002g) cho vào cốc thủy tinh 250ml, hòa tan mẫu hoàn toàn bằng nước cất. Lọc qua giấy lọc (Giấy lọc đã sấy khô ở 100 ÷105$^0$C, cân xác định khối lượng). Tiến hành lọc và rửa nước cất nhiều lần đến hết hết gốc $ClO_3^-$ (kiểm tra bằng cách nhỏ 5 giọt dung dịch lọc lên mặt kính, quan sát không xuất hiện kết tủa là đạt yêu cầu).

Cho giấy lọc chứa cặn vào tủ sấy ở nhiệt (100÷105)$^o$C, khoảng 1 giờ. Lấy ra để nguội trong bình hút ẩm 30 phút, cân khối lượng chính xác.

*Tính kết quả*

Hàm lượng chất không tan trong nước (%X), tính bằng % được xác định theo công thức:

$$X, \% = \frac{G_2 - G_1}{G} \times 100$$

trong đó:

$G_1$ là khối lượng giấy lọc đã sấy khô, tính bằng g;

$G_2$ là khối lượng giấy lọc và cặn không tan, đã sấy khô, tính bằng g;

G là khối lượng mẫu thử, tính bằng g;

**2. Xác định độ ẩm**

*2.1.Chuẩn bị dụng cụ và thiết bị*

- Tủ sấy, điều chỉnh được nhiệt độ từ 50÷100°C;
- Cân phân tích có độ chính xác đến $10^{-4}$ g;
- Chén cân

*2.2. Cách tiến hành*

- Cân khoảng 10g mẫu vào hộp lồng thủy tinh có nắp, ghi chính xác khối lượng (hộp lồng thuỷ tinh đã được sấy ở nhiệt độ 105÷110°C đến khối lượng không đổi), sấy ở nhiệt độ 70±2°C đến khối lượng không đổi (khoảng 2 giờ). Đậy nắp chén, lấy chén ra cho vào bình hút ẩm, để nguội đến nhiệt độ phòng rồi đem cân.

*2.3. Tính toán*

- Độ ẩm ($X_3$) được tính bằng phần trăm khối lượng theo công thức:

$$X_3 = \frac{m_1 - m_2}{m}.100$$

Trong đó:

$m_1$ - Khối lượng của mẫu và chén trước khi sấy, tính bằng g;

$m_2$ - Khối lượng của mẫu và chén sau khi sấy, tính bằng g;

m - Khối lượng của mẫu thử, tính bằng g.

Thí nghiệm được lặp lại 03 lần, chênh lệch kết quả giữa 03 lần phân tích của một mẫu không vượt quá 0,02%.

Kết quả phân tích là giá trị trung bình của 03 lần phân tích trên.

## Phụ lục 3

### Phương pháp thử nghiệm chỉ tiêu kỹ thuật của kali nitrat

**1. Xác định hàm lượng Kali nitrat (KNO3)**

Hàm lượng $KNO_3$ được xác định theo công thức:

$$X_1 = 100 - (X_3 + X_4 + X_5)$$

Trong đó:

$X_3$ - Hàm lượng % $Cl^-$;

$X_4$ - Hàm lượng % $K_2CO_3$;

$X_5$ - Chất không tan trong nước.

**2. Xác định hàm lượng nước**

2.1. Nguyên lý

Mẫu được sấy khô ở nhiệt độ (110÷120)$^0$C sau đó đem cân. Hiệu số khối lượng trước và sau khi sấy chính là lượng nước và chất bốc.

2.2. Dụng cụ - Hóa chất

- Cốc cân thuỷ tinh có nắp
- Cân phân tích độ chính xác 0,0002 g
- Tủ sấy nhiệt (0÷300) $^0$C
- Bình hút ẩm

2.3. Tiến hành xác định

Cân khoảng 10 gam mẫu thử $KNO_3$ chính xác 0,0002g, cho vào cốc cân thuỷ tinh đã ổn định khối lượng trước ở nhiệt độ (120±2)$^0$C, thời gian 2 giờ. Đem cốc cân chứa mẫu cho vào tủ sấy, sấy ở nhiệt độ (120±2)$^0$C trong 2 giờ liên tục. Lấy ra, làm nguội trong bình hút ẩm 30 phút, cân khối lượng.

2.4. Tính kết quả

$$\text{Lượng nước và chất bốc, \%} = \frac{G_1 - G_2}{G} x100$$

Trong đó:

$G_1$- khối lượng cốc cân + mẫu trước khi sấy (g)

$G_2$- khối lượng cốc cân + mẫu sau khi sấy (g)

G- Khối lượng mẫu thử (g)

Thí nghiệm được lặp lại 03 lần, chênh lệch kết quả giữa 03 lần phân tích của một mẫu không vượt quá 0,02%.

Kết quả phân tích là giá trị trung bình của 03 lần phân tích trên.

**3. Xác định hàm lượng $Cl^-$**

3.1. Nguyên lý

Hòa tan mẫu thử trong nước, cho lượng dư Bạc nitrat phản ứng với $Cl^-$ có trong dung dịch mẫu:

$$AgNO_3 + Cl^- \Rightarrow AgCl\downarrow + NO_3^-$$

Lượng dư của Bạc nitrat được chuẩn độ bởi dung dịch Amoni Sunfocyanua:

$$AgNO_3 + NH_4CNS \Rightarrow AgCNS + NH_4NO_3$$

Điểm cuối của phép chuẩn độ được nhận biết bằng lượng dư của Amoni Sunfocyanua với chỉ thị Sắt (III):

$$3NH_4CNS^- + Fe^{3+} \Rightarrow Fe(CNS)_3\downarrow + 3NH_4^+$$

3.2. Dụng cụ - Hóa chất

- Cân phân tích với độ chính xác 0,0002 g
- Dung dịch Axit Nitric d:1,42
- Dung dịch tiêu chuẩn Bạc Nitrat ($AgNO_3$): 0,1N
- Dung dịch tiêu chuẩn Amoni Sunfocyanua ($NH_4CNS$): 0,1N
- Dung dịch Amoni Ferisunfat ($NH_4Fe(SO_4)_2$): Bão hòa

3.3. Tiến hành xác định

Cân khoảng 10 gam mẫu thử $KNO_3$ chính xác đến 0,0002g, cho vào bình tam giác 250ml, thêm 100ml nước cất, lắc đều. Sau khi mẫu tan, cho 3ml dung dịch axit $HNO_3$ (d:1,42). Từ buret cho vào chính xác thể tích dung dịch tiêu chuẩn $AgNO_3$ 0,1N lắc đều (thể tích dung dịch bạc nitrat cho phải đảm bảo dư, thông thường cho 10 đến 15ml), cho 1÷2ml dung dịch chỉ thị $NH_4Fe(SO_4)_2$ bão hòa. Dùng dung dịch $NH_4CNS$ 0,1N chuẩn lượng dư của $AgNO_3$ cho đến khi dung dịch xuất hiện màu đỏ gạch nhạt là điểm cuối.

3.6.4. Tính kết quả

Hàm lượng % $Cl^-$ ($X_3$) được tính theo công thức:

$$X_3, \% = \frac{(V_1 \times N_1 - V_2 \times N_2) \times 0{,}05846}{G} \times 100$$

Trong đó:

$V_1$ - thể tích dung dịch tiêu chuẩn $AgNO_3$ cho dư (ml)

$N_1$ - nồng độ đương lượng dung dịch $AgNO_3$ (N)

$V_2$ - thể tích dung dịch tiêu chuẩn $NH_4CNS$ chuẩn lượng dư Bạc Nitrat (ml)

$N_2$ - nồng độ đương lượng dung dịch $NH_4CNS$ (N)

G - khối lượng mẫu thử (g)

Tiến hành làm hai lần, lấy kết quả trung bình. Độ chênh lệch giá trị tuyệt đối giữa các lần làm song song không vượt quá 0,005%.

**4. Xác định hàm lượng $K_2CO_3$**

4.1. Nguyên lý

Lượng $K_2CO_3$ sau khi hòa tan trong nước được chuẩn độ trực tiếp với dung dịch axit Sunfuric với chỉ thị Methyl orange.

4.2. Dụng cụ - Hóa chất

- Ống so màu 50ml;
- Bình tam giác 250ml;
- Cân phân tích với độ chính xác 0,0002 g;
- Dung dịch tiêu chuẩn Axit Sulfuric ($H_2SO_4$): 0,1N;
- Dung dịch chỉ thị Methyl Orange: 0,1%;
- Dung dịch chỉ thị Methyl Red: 0,2%;
- Dung dịch chỉ thị Phenol Red: 0,2%;
- Nước cất hai lần hoặc nước cất đã loại bỏ $CO_2$: lấy khoảng 500ml nước cất cho vào bình cầu đáy bằng 1 lít, đem đun sôi 5 phút trên bếp điện kín, lấy ra lắp nút cao su, phần ống thoát khí có chứa các hạt sôđa, để nguội đến nhiệt độ phòng (chỉ điều chế trước khi tiến hành làm thí nghiệm).

4.3. Tiến hành xác định

Định tính sơ bộ:

Lấy 2 ống nghiệm 50ml giống nhau, mỗi cái cho vào khoảng 2,5g mẫu, cho vào 10ml nước cất hoà tan, lắc đều cho mẫu thử tan hoàn toàn.

Cho vào ống nghiệm thứ nhất: 1 giọt chỉ thị Methyl Red 0,2%, nếu dung dịch mẫu có màu đỏ tức là trong mẫu không có muối $CO_3^{-2}$.

Cho vào ống nghiệm thứ 2: 1 giọt chỉ thị Phenol Red 0,2%, nếu dung dịch có mầu đỏ thì phải định lượng.

Định lượng:

Cân khoảng 25 gam mẫu thử $KNO_3$ chính xác đến 0,0002g, cho vào bình tam giác 250ml, cho vào 100ml nước cất hai lần hoặc nước cất đã loại $CO_2$, lắc đều cho mẫu tan hoàn toàn, cho 2 giọt chỉ thị Methyl Orange 0,1%, dùng dung dịch axit $H_2SO_4$ 0,1N chuẩn độ đến khi dung dịch xuất hiện mầu hồng nhạt là điểm cuối.

4.4. Tính kết quả

Hàm lượng % $K_2CO_3$ ($X_4$) được tính theo công thức:

$$X_4, \% = \frac{V \times N \times 0,0691}{G} \times 100$$

Trong đó:

V- Thể tích dung dịch tiêu chuẩn $H_2SO_4$ chuẩn hết (ml)

N- Nồng độ đương lượng dung dịch tiêu chuẩn $H_2SO_4$ (N)

G- Khối lượng mẫu thử (g)

Tiến hành làm hai lần, lấy kết quả trung bình. Độ chênh lệch giá trị tuyệt đối giữa các lần làm song song không vượt quá 0,005%.

**5. Xác định chất không tan trong nước**

5.1. Nguyên lý

Hòa tan mẫu $KNO_3$ trong nước, lọc lấy cặn không tan, sau đó đem sấy, cân khối lượng.

5.2. Dụng cụ - hóa chất

- Cốc lọc xốp;
- Hệ thống hút lọc chân không;
- Cân phân tích với độ chính xác 0,0002 gam;
- Nước cất;
- Dung dịch Diphenylamin 2% (pha trong $H_2SO_4$ d:1,84).

5.3. Tiến hành xác định

Cân khoảng 25 gam mẫu thử $KNO_3$ chính xác đến 0,0002g, cho vào cốc lọc xốp (khô sạch và ổn định khối lượng trước), lắp cốc xốp lên hệ thống hút lọc chân không, dùng nước cất nóng hoà tan, kết hợp hút lọc, vừa lọc vừa dùng nước rửa hết $KNO_3$ (thử gốc $NO_3^-$ bằng dung dịch Diphenylamin, dung dịch thử không mầu là đạt). Sau đó, cho cốc lọc xốp vào tủ sấy, sấy ở nhiệt độ $(120\pm2)^0$C. Lấy ra, làm nguội 30 phút trong bình hút ẩm, cân khối lượng.

5.4. Tính kết quả

Chất không tan trong nước, ($X_5$) được tính theo công thức

$$X_{5,} \% = \frac{G_1 - G_2}{G} x100$$

Trong đó:

$G_1$- khối lượng cốc lọc xốp + tạp chất sau khi sấy (g)

$G_2$- khối lượng cốc lọc xốp (g)

G- Khối lượng mẫu thử (g)

## Phụ lục 4

## Phương pháp thử nghiệm chỉ tiêu kỹ thuật của kali clorat

### 1. Xác định hàm lượng Kali clorat

1.1 Nguyên lý

Hòa tan mẫu thử bằng nước cất, sau đó cho dung dịch sắt (II) sulfat phản ứng với ion $ClO_3^-$. Lượng dư của dung dịch sắt (II) sulfat được chuẩn độ bằng dung dịch $KMnO_4$. Từ thể tích $KMnO_4$ tiêu tốn tính ra được hàm lượng % $KClO_3$ có trong mẫu.

1.2 Dụng cụ, hoá chất

- Cốc đốt 100ml;
- Bình tam giác 250ml;
- Phễu;
- Cân phân tích chính xác 0,1mg;
- Dung dịch Natri Bicacbonat quá bão hòa;
- Dung dịch Sắt (II) sulfat ($FeSO_4$): cân 5 g $FeSO_4.7H_2O$ hòa tan trong 90ml nước cất, cho 10ml dung dịch axit sulfuric d=1,84.
- Dung dịch Mangan sulfat ($MnSO_4$): cân 6,7 g $MnSO_4.4H_2O$ hòa tan trong 40 ml nước cất, cho vào 16 ml dung dịch axit phot phoric d=1,7 và 11,3ml dung dịch axit sulfuric d=1,84 sau đó dùng nước cất pha loãng đến 100 ml, lắc đều.
- Dung dịch tiêu chuẩn Kali permanganat ($KMnO_4$) 0,1N;
- Nước cất theo TCVN 4851:1989.

1.3 Tiến hành xác định

Cân khoảng 1,0 g mẫu (chính xác 0,0002g) cho vào bình bình định mức 250ml, cho nước cất hòa tan và pha loãng đến vạch khắc, lắc đều (dung dịch A).

Dùng pipet hút lấy 10ml dung dịch A, cho vào bình tam giác 250ml đã chứa sẵn 25ml dung dịch $FeSO_4$ (thể tích dung dịch sắt lấy chính xác từ pipet). Đặt phễu thuỷ tinh lên miệng bình tam giác và đun sôi dung dịch 10 phút, lấy ra để nguội, cho vào 10ml dung dịch $MnSO_4$, dùng dung dịch tiêu chuẩn $KMnO_4$ 0,1N chuẩn độ dung dịch đến màu phớt hồng sau 30 giây không mất màu là điểm cuối, ghi thể tích $V_1$.

Đồng thời tiến hành một mẫu thử trắng: lấy bình tam giác 250ml khác, thêm 10 ml nước cất cho 25 ml dung dịch $FeSO_4$ (thể tích dung dịch sắt lấy chính xác từ pipet). Đặt phễu thuỷ tinh lên miệng bình tam giác và đun sôi dung dịch 10 phút, lấy ra để nguội, cho vào 10ml dung dịch $MnSO_4$, dùng dung dịch tiêu chuẩn $KMnO_4$ 0,1N chuẩn độ dung

dịch đến màu phớt hồng sau 30 giây không mất màu là điểm cuối, ghi thể tích $V_2$.

1.4. Tính kết quả

Hàm lượng $KClO_3$ ($X_1$), tính bằng % được xác định theo công thức:

$$X_1, \% = \frac{(V_2 - V_1) \times N \times 0{,}02042}{G \times \frac{10}{250}} \times 100$$

Trong đó:

$V_1$ là thể tích dung dịch $KMnO_4$ chuẩn độ mẫu thử, tính bằng ml;

$V_2$ là thể tích dung dịch $KMnO_4$ chuẩn độ mẫu trắng, tính bằng ml;

N là nồng độ đương lượng dung dịch $KMnO_4$, tính bằng mg/ml;

G là khối lượng mẫu thử, tính bằng g;

0,02042 là mili đương lượng gam của $KClO_3$;

Chênh lệch giữa hai kết quả xác định song song không được vượt quá 0,2%, kết quả cuối cùng là trung bình cộng của hai kết quả thu được, làm tròn số đến 0,01%.

**2 Xác định hàm ẩm**

2.1 Nguyên lý

Dựa trên cơ sở xác định sự giảm khối lượng mẫu ban đầu sau khi sấy.

2.2 Dụng cụ, hóa chất

- Cốc cân thủy tinh có nắp Φ 60÷75mm;
- Bình hút ẩm (chất hút ẩm sử dụng là $CaCl_2$ khan hoặc Silicagen);
- Tủ sấy, giới hạn điều chỉnh nhiệt độ đến 200°C, sai số ±1°C;
- Cân phân tích chính xác 0,1mg;
- Hỗn hợp dung dịch rửa dụng cụ $K_2Cr_2O_7/H_2SO_4$;
- Nước cất theo TCVN 4851:1989.

2.3 Tiến hành xác định

Rửa cốc cân bằng hỗn hợp $K_2Cr_2O_7/H_2SO_4$ sau đó rửa lại bằng nước cất đến hết tính axit, cho cốc lọc vào tủ sấy ở nhiệt độ (100±2)°C, trong thời gian 1 giờ, để nguội trong bình hút ẩm, cân ghi khối lượng chính xác giá trị $G_1$.

Dùng thìa cân lấy khoảng 10g mẫu vào cốc cân thủy tinh đã ổn định khối lượng ở trên, cân khối lượng cả cốc cân và mẫu, chính xác 0,0002 g, được giá trị $G_2$.

Cho cốc cân và mẫu vào trong tủ sấy ở nhiệt độ (100±2)°C, tiến hành sấy đến khối lượng không đổi khoảng 2 giờ là đạt yêu cầu. Lấy ra để nguội trong bình hút ẩm 30 phút, cân khối lượng, chính xác 0,0002 g, được giá trị $G_3$.

2.4 Tính kết quả

Hàm ẩm ($X_2$), tính bằng % được xác định theo công thức sau:

$$X_2, \% = \frac{G_2 - G_3}{G_2 - G_1} \times 100$$

trong đó:

$G_1$ là khối lượng cốc cân, tính bằng g;

$G_2$ là khối lượng cốc cân và mẫu trước khi sấy, tính bằng g;

$G_3$ là khối lượng cốc cân và mẫu sau khi sấy, tính bằng g.

Thí nghiệm được lặp lại 03 lần, chênh lệch kết quả giữa 03 lần phân tích của một mẫu không vượt quá 0,02%.

Kết quả phân tích là giá trị trung bình của 03 lần phân tích trên.

**3. Xác định hàm lượng chất không tan trong nước**

3.1 Nguyên lý

Dựa trên cơ sở hòa tan mẫu thử bằng nước cất, tiến hành lọc lấy cặn không tan, đem sấy khô, cân khối lượng. Từ khối lượng thu được tính ra % tạp chất không tan trong nước có trong mẫu.

3.2 Dụng cụ, hóa chất

- Cốc thủy tinh 500ml;
- Bình hút ẩm (chất hút ẩm sử dụng là $CaCl_2$ khan hoặc Silicagen);
- Tủ sấy, giới hạn điều chỉnh nhiệt độ đến 200°C, sai số ±1°C
- Cốc lọc xốp;
- Hệ thống hút lọc chân không;
- Cân phân tích chính xác 0,1mg;
- Nước cất theo TCVN 4851:1989.

3.3 Tiến hành xác định

Rửa cốc lọc xốp bằng hỗn hợp $K_2Cr_2O_7/H_2SO_4$ sau đó rửa lại bằng nước cất đến hết tính axit, cho cốc lọc vào tủ sấy ở nhiệt độ (100±2)°C, tiến hành sấy đến khối lượng không đổi, chênh lệch giữa hai lần cân gần nhất không vượt quá 0,2 mg, được giá trị $G_1$.

Cân khoảng 25 gam mẫu thử (chính xác 0,0002g) cho vào cốc thủy tinh 250ml, cho 100ml nước cất, tăng nhiệt đến sôi cho mẫu thử tan hoàn toàn. Dung dịch đang nóng, tiến hành lọc dung dịch qua cốc lọc xốp (đã

biết trước khối lượng), dùng nước cất nóng rửa cốc thủy tinh và cốc lọc xốp đến hết gốc $ClO_3^-$ (kiểm tra bằng cách nhỏ 5 giọt dung dịch lọc lên mặt kính, quan sát không xuất hiện kết tủa là đạt yêu cầu).

Cho cốc lọc xốp chứa cặn không tan vào tủ sấy ở nhiệt độ (100±2)°C, tiến hành sấy đến khối lượng không đổi (thông thường sấy 1 giờ là đạt yêu cầu). Lấy ra để nguội trong bình hút ẩm 30 phút, cân khối lượng chính xác 0,2 mg được giá trị $G_2$.

3.4 Tính kết quả

Hàm lượng chất không tan trong nước ($X_6$), tính bằng % được xác định theo công thức:

$$X_6, \% = \frac{G_2 - G_1}{G} \times 100$$

trong đó:

$G_1$ là khối lượng cốc lọc xốp, tính bằng g;

$G_2$ là khối lượng cốc lọc xốp và cặn không tan, tính bằng g;

G là khối lượng mẫu thử, tính bằng g;

Chênh lệch giữa hai kết quả xác định song song không được vượt quá 0,02%, kết quả cuối cùng là trung bình cộng của hai kết quả thu được, làm tròn số đến 0,01%.

## Phụ lục 5

## Phương pháp thử nghiệm chỉ tiêu kỹ thuật của kali perclorat

### 1. Xác định hàm lượng Kali perclorat

1.1 Nguyên lý

Hòa tan mẫu thử bằng nước, sau đó cho dung dịch chảy qua cột trao đổi cation, lúc này phần nhựa trao đổi sẽ giữ lại cation $K^+$, đồng thời giải phóng $H^+$ tương ứng, lượng $H^+$ giải phóng ra kết hợp với anion $ClO_4^-$ tạo thành axit $HClO_4$. Dùng dung dịch tiêu chuẩn NaOH chuẩn lượng axit $HClO_4$ tạo thành, điểm cuối của phép chuẩn độ được nhận biết bằng sự thay đổi màu của chỉ thị metyl đỏ. Từ thể tích dung dịch NaOH tiêu tốn tính ra được % $KClO_4$ có trong mẫu.

1.2 Dụng cụ, hoá chất

- Cốc đốt 100 ml;
- Bình tam giác 500 ml;
- Cột trao đổi cation Φ15 mm, chiều cao ≈ 400 mm, có khoá thuỷ tinh;
- Bông y tế;
- Phễu lọc Φ 60 mm;
- Cân phân tích chính xác 0,1mg;
- Dung dịch chỉ thị Metyl đỏ 0,1%;
- Dung dịch chỉ thị Metyl da cam 0,1%;
- Dung dịch tiêu chuẩn NaOH 0,1 N;
- Dung dịch Axit clohydric (HCl) 1/2;
- Nước cất theo TCVN 4851:1989.

1.3 Tiến hành xác định

Xử lý nhựa trao đổi cation: nhựa trao đổi cation được bảo quản trong nước cất, trước khi dùng gạn bỏ nước cất, ngâm hạt nhựa trong dung dịch axit HCl 1/2, thời gian ngâm 30 phút. Sau đó tiến hành gạn bỏ dung dịch axit HCl, dùng nước cất rửa hạt nhựa đến hết tính axit (thử dung dịch rửa bằng chỉ thị metyl da cam có màu vàng sáng là đạt yêu cầu).

Nạp nhựa vào cột trao đổi: nhồi khoảng 1g bông y tế vào trong cột trao đổi (giữ nhựa không lọt qua khóa thủy tinh), mở khóa thủy tinh, dùng nước cất rửa cột 3 lần, sau đó nạp nhựa vào cột (thể tích nhựa chiếm chỗ trong cột khoảng 380ml) dùng nước cất rửa cột đến khi kiểm tra nước rửa bằng chỉ thị metyl da cam có màu vàng sáng là đạt yêu cầu. (Yêu cầu cột trao đổi không để có bọt khí).

Cân 0,1 g đến 0,15 g mẫu đã được nghiền nhỏ (chính xác 0,0002 g) cho vào cốc đốt 100 ml, cho 20 ml nước cất nóng hòa tan mẫu thử, tiến hành chuyển dung dịch vào cột trao đổi cation bằng cách: mở khóa thủy tinh cho dung dịch trong cột chảy nhỏ giọt xuống cốc thủy tinh 100 ml khác, dung dịch này giữ lại (dung dịch 1), đồng thời chuyển toàn bộ dung dịch mẫu vào trong cột, để yên dung dịch mẫu trong cột 30 phút. Sau đó mở khoá thủy tinh, điều chỉnh tốc độ chảy ra của dung dịch trong khoảng từ 5÷6 ml/phút. Phần dung dịch chảy ra trong khoảng 2 phút đầu chứa cùng dung dịch 1. Đóng khóa lại, lấy cốc thủy tinh chứa dung dịch 1 ra, chuyển dung dịch 1 vào cốc chứa dung dịch mẫu, dùng nước cất rửa cốc chứa dung dịch 1 từ 2 đến 3 lần, mỗi lần 15 ml.

Lắp bình tam giác 500 ml (khô sạch) vào đầu khóa thủy tinh, mở khóa, điều chỉnh tốc độ chảy ra của dung dịch trong khoảng từ 5÷6 ml/phút, tiến hành trao đổi, khi chảy hết dung dịch mẫu, trao đổi tiếp lượng dung dịch còn lại trong cốc mẫu, dùng nước cất tráng rửa cốc mẫu và trao đổi tiếp, lặp lại bước rửa cốc mẫu và trao đổi đến khi tổng thể tích dung dịch trao đổi trong bình tam giác đạt 250 ml trở lên. Thử kiểm tra dung dịch trao đổi bằng chỉ thị methyl orange, nếu dung dịch có màu đỏ là trao đổi chưa hết, cần phải rửa thêm, nếu dung dịch có màu vàng sáng là đạt yêu cầu.

Đóng khóa thủy tinh, lấy bình tam giác chứa dung dịch trao đổi ra, cho (3÷4) giọt dung dịch chỉ thị Metyl đỏ 0,1%, dùng dung dịch tiêu chuẩn NaOH 0,1 N chuẩn độ đến khi dung dịch chuyển sang màu vàng sáng là điểm cuối.

1.4. Tính kết quả

Hàm lượng $KClO_4$ ($X_2$), tính bằng % được xác định theo công thức sau:

$$X_2, \% = \frac{V \times N \times 0{,}1386}{G} \times 100 - (\%KClO_3 \times 1{,}13 + \%KCl \times 1{,}859 + \%K_2SO_4 \times 1{,}2557)$$

trong đó:

V là thể tích dung dịch NaOH chuẩn độ, tính bằng ml;

N là nồng độ dung dịch NaOH, tính bằng mg/ml;

G là khối lượng mẫu thử, tính bằng g;

0,1386 là mili đương lượng gam của $KClO_4$;

Chênh lệch giữa hai kết quả xác định song song không được vượt quá 0,2 %, kết quả cuối cùng là trung bình cộng của hai kết quả thu được, làm tròn số đến 0,01%.

## 2. Xác định hàm ẩm

2.1 Nguyên lý

Dựa trên cơ sở xác định sự giảm khối lượng mẫu ban đầu sau khi sấy

2.2 Dụng cụ, hóa chất

- Cốc cân thủy tinh có nắp Φ60-75 mm;
- Bình hút ẩm (chất hút ẩm sử dụng là $CaCl_2$ khan hoặc Silicagen);
- Tủ sấy điện;
- Cân phân tích chính xác 0,1 mg;
- Hỗn hợp dung dịch rửa dung cụ $K_2Cr_2O_7/H_2SO_4$;
- Nước cất theo TCVN 4851:1989.

2.3 Tiến hành xác định

Rửa cốc cân thủy tinh nhiều lần bằng hỗn hợp $K_2Cr_2O_7/H_2SO_4$ rồi tráng rửa bằng nước cất ba lần, sấy cốc cân ở $(100\pm2)^0C$ trong thời gian 1 giờ, để nguội trong bình hút ẩm, cân ghi khối lượng chính xác giá trị $G_1$.

Lấy khoảng 10g mẫu vào cốc cân thủy tinh đã ổn định khối lượng ở trên. Cân khối lượng cả cốc cân và mẫu, chính xác 0,1 mg, được giá trị $G_2$.

Cho cốc cân và mẫu vào trong tủ sấy ở nhiệt độ $(100\pm2)^0C$ đến khối lượng không đổi (trong thời gian 4 giờ là đạt yêu cầu). Lấy ra để nguội trong bình hút ẩm 30 phút, cân khối lượng cả cốc cân và mẫu, chính xác 0,2 mg, được giá trị $G_3$.

2.4 Tính kết quả

Hàm ẩm ($X_1$), tính bằng % được xác định theo công thức:

$$X_1, \% = \frac{G_2 - G_3}{G_2 - G_1} \times 100$$

trong đó:

$G_1$ là khối lượng cốc cân, tính bằng g;

$G_2$ là khối lượng cốc cân và mẫu trước khi sấy, tính bằng g;

$G_3$ là khối lượng cốc cân và mẫu sau khi sấy, tính bằng g.

Thí nghiệm được lặp lại 03 lần, chênh lệch kết quả giữa 03 lần phân tích của một mẫu không vượt quá 0,02%.

Kết quả phân tích là giá trị trung bình của 03 lần phân tích trên.

**3. Xác định hàm lượng chất không tan trong nước**

3.1. Nguyên lý

Dựa trên cơ sở hòa tan mẫu thử bằng nước cất, tiến hành lọc lấy cặn không tan, đem sấy khô, cân khối lượng. Từ khối lượng thu được tính ra % tạp chất không tan trong nước có trong mẫu.

3.2. Dụng cụ, hóa chất

- Cốc thủy tinh 250 ml;
- Bình hút ẩm (chất hút ẩm sử dụng là $CaCl_2$ khan hoặc Silicagen);
- Tủ sấy, giới hạn điều chỉnh nhiệt độ đến 200°C, sai số ±1°C
- Cốc lọc xốp;
- Hệ thống hút lọc chân không;
- Cân phân tích chính xác 0,1 mg;
- Cồn 96°;
- Nước cất theo TCVN 4851:1989.

3.3. Tiến hành xác định

Rửa cốc lọc xốp nhiều lần bằng hỗn hợp $K_2Cr_2O_7/H_2SO_4$ sau đó tráng rửa bằng nước máy đến hết màu vàng, rửa lại bằng nước cất ba lần, sấy cốc lọc xốp ở (105÷110)°C đến khối lượng không đổi, chênh lệch giữa hai lần cân gần nhất không vượt quá 0,2 mg, được giá trị $G_1$.

Cân khoảng 20g mẫu thử (chính xác ±0,0002g) cho vào cốc thủy tinh 250 ml, cho 100 ml nước cất, tăng nhiệt đến sôi cho mẫu thử tan hoàn toàn. Dung dịch đang nóng, tiến hành lọc dung dịch qua cốc lọc xốp số (đã biết trước khối lượng), dùng nước cất nóng rửa cốc thủy tinh và cốc lọc xốp 5 lần, mỗi lần khoảng 30 ml, sau đó dùng cồn rửa cốc lọc xốp 2 lần.

Cho cốc lọc xốp chứa cặn không tan vào tủ sấy ở nhiệt độ (105÷110)°C, thời gian sấy 1 giờ. Lấy ra để nguội trong bình hút ẩm 30 phút, cân khối lượng chính xác 0,2 mg được giá trị $G_2$.

3.4. Tính kết quả

Hàm lượng chất không tan trong nước ($X_6$), tính bằng % được xác định theo công thức sau:

$$X_6, \% = \frac{G_2 - G_1}{G} \times 100$$

trong đó: $G_1$ là khối lượng cốc lọc xốp, tính bằng g;

$G_2$ là khối lượng cốc lọc xốp và cặn không tan, tính bằng g;

G là khối lượng mẫu thử, tính bằng g.

## Phụ lục 6

Phương phác xác định hàm lượng $NaNO_2$ và phương phác xác định hàm lượng sắt tại TCVN/QS 934:2014 có thể thực hiện phương pháp thử nghiệm thay thế như sau:

### 1. Xác định hàm lượng Natri nitrit bằng phương pháp trắc quang

**Phạm vi áp dụng:**

Phương pháp áp dụng xác định hàm lượng $NaNO_2$ trong muối Natri nitrat. Phương pháp còn áp dụng xác định hàm lượng $NO_2^-$ trong các muối vô cơ hoà tan hoặc trong hóa chất, thuốc thử khi hàm lượng nitrit trong lượng mẫu cân đem phân tích khoảng 0,0005 mg ÷ 0,020 mg.

**Nguyên tắc:**

Dựa trên sự tạo phức màu giữa NO2- với thuốc thử Griss tạo hợp chất azo màu tím đỏ có cực đại hấp thụ tại bước sóng 520 nm ÷ 525 nm. Cường độ màu tỷ lệ với hàm lượng NO2- có trong dung dịch.

**Thiết bị - dụng cụ**:

Máy trắc quang;

Cu vét chiều dày 1÷2 cm: 02 cái;

Micropipet loại 1÷5 ml;

Bình định mức 1000 ml, 100 ml;

Ống đong 25ml.

**Hoá chất:**

Nước cất hai lần;

$NaNO_2$, dạng tinh thể;

Axit Sunfanilic, dạng tinh thể;

Naphthyamin, dạng tinh thể;

Dung dịch $CH_3COOH$ 10% và 5N.

Các hóa chất sử dụng đều phải là hóa chất tinh khiết phân tích hoặc tương đương.

**Tiến hành:**

**Chuẩn bị hóa chất:**

*Thuốc thử Griss A*: Cân 0,5 ± 0,01g axit sunfanilic, thêm 150ml dung dịch $CH_3COOH$ 10%, khuấy đều, thu được dung dịch thuốc thử Griss A.

*Thuốc thử Griss B:* Cân 0,1 ± 0,01g $\alpha$-Naphthylamin, thêm 20÷30 ml nước cất, đun sôi cách thuỷ khoảng 15 phút, lọc bỏ cặn (khi đun phải lưu ý không được đun cạn). Sau đó thêm 150ml dung dịch $CH_3COOH$ 10%

vào nước lọc, khuấy đều, thu được dung dịch thuốc thử Griss B, bảo quản trong chai màu tối.

*Dung dịch chuẩn $NO_2^-$ 0,1g/l*: Cân chính xác 0,1500g Natri nitrit (đã được sấy khô đến khối lượng không đổi ở 100$^0$C) vào cốc cân khô sạch, hòa tan mẫu bằng nước cất và chuyển vào bình định mức 1000ml, thêm nước cất đến vạch mức, lắc đều dung dịch.

**Lập đường chuẩn:**

*Pha dung dịch $NO_2^-$ 0,01g/l từ dung dịch $NO_2^-$ 0,1g/l*: Hút chính xác 10ml dung dịch $NO_2^-$ 0,1g/l cho vào bình định mức 100ml, thêm nước cất đến vạch mức, lắc đều dung dịch.

Chuẩn bị 6 bình định mức 100ml, lần lượt thêm vào các bình theo đúng thứ tự:

| Số bình | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
|---|---|---|---|---|---|---|
| dd chuẩn $NO_2^-$ (ml) | 0,0 | 0,2 | 0,5 | 1,0 | 2,0 | 3,0 |
| $C_{NO2-}$ (mg/l) | 0,0 | 0,02 | 0,05 | 0,1 | 0,2 | 0,3 |
| $CH_3COOH$ 5N(ml) | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 |
| Griss A(ml) | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 |
| Griss B(ml) | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 |

Lắc đều, thêm nước cất đến vạch mức, lắc đều dung dịch. Để dung dịch ổn định trong 30 phút đem đo mật độ quang của dung dịch theo quy trình phân tích trên máy trắc quang UV-VIS.

**Đo mẫu:**

Cân khoảng (10÷20) gam mẫu muối $NaNO_3$ trên cân phân tích có độ chính xác $10^{-4}$g (khối lượng mẫu có thể thay đổi tùy thuộc hàm lượng Nitrit có trong mẫu thử, mẫu đã được sấy khô đến khối lượng không đổi ở 100°C), hòa tan mẫu bằng nước cất và chuyển vào bình định mức 100 ml. Thêm vào dung dịch mẫu các hóa chất tương tự như khi xây dựng đường chuẩn.

Để ổn định dung dịch 30 phút và đo mật độ quang tại bước sóng khi xây dựng đường chuẩn. Xác định nồng độ của dung dịch mẫu theo đường chuẩn.

**Kết quả:**

Hàm lượng $NaNO_2$ được tính theo công thức:

$$X(\%) = \frac{C \times V \times 1,5}{1000 \times m} \times 100$$

Trong đó:

C: Là nồng độ ion $NO_2^-$ tìm được theo đường chuẩn (mg/l);

V: Thể tích dung dịch mẫu pha (lít);

1,5: hệ số chuyển đổi từ $NO_2^-$ sang $NaNO_2$;

m: Khối lượng mẫu đem phân tích (g).

Thí nghiệm được tiến hành lặp lại ba lần, chênh lệch kết quả giữa các lần thử không lớn hơn 0,001%, kết quả phân tích là giá trị trung bình của ba lần thí nghiệm

**2. Xác định hàm lượng *sắt theo phương pháp trắc quang*.**

**Nguyên tắc:**

Dựa trên sự phản ứng giữa $Fe^{3+}$ với thuốc thử axit sunfosalixylic ($H_2SSal$), tạo phức màu vàng. Cường độ màu tỷ lệ với hàm lượng ion Fe có trong dung dịch, tiến hành đo mật độ quang của phức màu tại bước sóng khoảng 420 nm÷430 nm.

**Thiết bị, dụng cụ - hoá chất:**

**Thiết bị - dụng cụ:**

Máy trắc quang UV-VIS;

Cu vét chiều dày 1cm: 02 cái;

Micro pipet loại 1÷5ml;

Bình định mức 1000 ml; 100 ml;

Ống đong 25ml.

**Hoá chất:**

Nước cất;

Muối sắt(III): $NH_4.Fe(SO_4)_2.12H_2O$ hoặc dung dịch chuẩn $Fe^{3+}$ 1000 mg/l;

Axit Sunfosalixylic: dung dịch 10%;

$NH_4OH$: dung dịch 10%;

$H_2SO_4$đặc;

Dung dịch $H_2O_2$ 5%.

Các hóa chất sử dụng đều phải là hóa chất tinh khiết phân tích hoặc tương đương.

**Tiến hành:**

**Pha dung dịch chuẩn $Fe^{3+}$ 0,1mg/ml:**

- Pha từ chất gốc: Cân chính xác 0,8634 gam muối $Fe^{3+}$ vào cốc cân, tẩm ướt mẫu bằng axit sunfuric đặc, hòa tan mẫu bằng nước cất và

chuyển vào bình định mức 1000ml, thêm nước cất đến vạch mức, lắc trộn đều dung dịch.

- Pha từ dung dịch chuẩn $Fe^{3+}$ nồng độ 1000 mg/l: Hút chính xác 10ml dung dịch chuẩn 1000 mg/l cho vào bình định mức 100 ml, thêm nước cất đến vạch mức, lắc trộn đều dung dịch, được dung dịch chuẩn 0,1 mg/ml.

**Xây dựng đường chuẩn:**

Chuẩn bị 6 bình định mức 100 ml lần lượt thêm vào mỗi bình các hóa chất sau:

| Số bình | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
|---|---|---|---|---|---|---|
| DD chuẩn $Fe^{3+}$(ml) | 0,0 | 0,5 | 1,0 | 1,5 | 2,0 | 3,0 |
| $C_{Fe3+}$ (mg/l) | 0,0 | 0,5 | 1,0 | 1,5 | 2,0 | 3,0 |
| DD axitsunfosalixylic 10%(ml) | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 |
| DD $NH_4OH$ 10%(ml) | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 |

Thêm khoảng 30ml nước cất vào mỗi bình, lắc đều. Lưu ý: Nếu dung dịch có màu đỏ tím thì thêm tiếp vào mỗi bình khoảng 10ml $NH_4OH$ 10% để dung dịch có màu vàng. Thêm tiếp nước cất đến vạch mức, lắc trộn đều dung dịch.

Để dung dịch ổn định sau 30 phút, đo mật độ quang của dung dịch theo quy trình phân tích trên máy trắc quang.

**Đo mẫu:**

Cân khoảng (20÷30) gam mẫu thử trên cân phân tích có độ chính xác $10^{-4}$g (mẫu đã được sấy khô đến khối lượng không đổi, khối lượng mẫu có thể điều chỉnh tuỳ thuộc vào hàm lượng ion Fe có trong mẫu). Hòa tan mẫu hoàn toàn bằng 30 ml÷50 ml nước cất, cho vào dung dịch mẫu 5ml $H_2O_2$ 5%, đun sôi trong 30 phút. Để nguội dung dịch mẫu đến nhiệt độ phòng, chuyển vào bình định mức 100 ml. Thêm vào dung dịch mẫu các hóa chất tương tự như khi xây dựng đường chuẩn. Để ổn định dung dịch 30 phút và đo mật độ quang tại bước sóng khi xây dựng đường chuẩn.

Xác định nồng độ của dung dịch mẫu theo đường chuẩn.

**Tính toán kết quả:**

Hàm lượng ion Fe được tính theo công thức:

$$\%X = \frac{C \times V_{Fe}}{1000 \times G} \times 100$$

Trong đó:

C : Là nồng độ ion $Fe^{3+}$ tìm được theo đường chuẩn (mg/l);

V: Thể tích dung dịch mẫu pha (lít);

G: Khối lượng mẫu đem phân tích (g).

Thí nghiệm được tiến hành lặp lại 3 lần, chênh lệch kết quả giữa các lần thử không lớn hơn 0,0001%, kết quả phân tích là giá trị trung bình của 3 lần thử.