

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 10656:2014

Xuất bản lần 1

**MUỐI (NATRI CLORUA) – XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG NITRI –
PHƯƠNG PHÁP CHUẨN ĐỘ PERMANGANAT/THIOSULFAT**

*Sodium chloride – Determination of nitrite content –
Permanganate/thiosulphate titrimetric method*

HÀ NỘI - 2014

Lời nói đầu

TCVN 10656:2014 được xây dựng trên cơ sở tài liệu của Hiệp hội muối Châu Âu EuSalt/AS 001-2005 *Determination of nitrite Permangante/thisulphate titrimetric method*

TCVN 10656:2014 do Cục Chế biến Nông lâm thủy sản và nghề muối biên soạn, Bộ Nông nghiệp và Phát triển nông thôn đề nghị, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Muối (natri clorua) - Xác định hàm lượng nitrit - Phương pháp chuẩn độ permanganat/thiosulfat

Sodium chloride - Determination of nitrite content -

Permanganate /thiosulphate titrimetric method

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp chuẩn độ để xác định hàm lượng nitrit trong muối (natri clorua) bị nhiễm nitrit.

Phương pháp này có thể áp dụng cho các sản phẩm muối (natri clorua) chứa hàm lượng nitrit (tính theo natri nitrit) bằng hoặc lớn hơn 0,15 g/kg.

Phương pháp này chỉ đúng khi trong mẫu thử không chứa các chất khử khác có thể phản ứng với kali permanganat hoặc khi nồng độ của chúng không đáng kể.

2 Nguyên tắc

Hòa tan mẫu thử trong nước. Oxy hóa nitrit thành nitrat bằng kali permanganat. Bổ sung kali iodua và chuẩn độ lượng iot tự do được giải phóng tương ứng với lượng dư của kali permanganat bằng natri thiosulfat, sử dụng hồ tinh bột làm chất chỉ thị.

3 Thuốc thử

Chỉ sử dụng các thuốc thử loại tinh khiết phân tích và sử dụng nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương, trừ khi có quy định khác.

3.1 Natri clorua, không chứa nitrit.

3.2 Axit sulfuric, $c_{\text{H}_2\text{SO}_4} \approx 1,5 \text{ mol/l}$.

Cho 18 ml axit sulfuric, $c \approx 1,84 \text{ g/ml}$, 96 % khối lượng vào 200 ml nước và trộn kỹ.

TCVN 10656:2014

3.3 Dung dịch kali iodua, $c_{(KI)} \approx 100 \text{ g/l}$

Bảo quản dung dịch trong chai tối màu.

3.4 Dung dịch kali permanganat, $c_{(1/5 \text{ KMnO}_4)} = 0,1 \text{ mol/l}$.

3.5 Dung dịch chuẩn natri thiosulfat, $c_{(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)} = 0,1 \text{ mol/l}$.

3.6 Dung dịch hồ tinh bột, 2 g/l

Chuẩn bị dung dịch này từ tinh bột hòa tan ngay trước khi sử dụng.

4 Thiết bị, dụng cụ

Sử dụng các thiết bị, dụng cụ thông thường của phòng thử nghiệm và cụ thể như sau:

4.1 Buret, có độ chính xác 0,01 ml.

4.2 Bình định mức, dung tích 500 ml.

4.3 Bình nón, dung tích 500 ml.

4.4 Chén lọc hoặc giấy lọc.

4.5 Cân, chính xác đến 0,01 g.

5 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu thử

Tiêu chuẩn này không quy định việc lấy mẫu. Điều quan trọng là mẫu gửi đến phòng thử nghiệm phải đúng là mẫu đại diện và không bị hư hỏng hoặc suy giảm chất lượng trong quá trình bảo quản và vận chuyển.

Lấy khoảng 500 g mẫu thử để phân tích.

6 Cách tiến hành

6.1 Phần mẫu thử

Dùng cân (4.5) cân khoảng 50 g mẫu thử (5.2), chính xác đến 0,01 g.

6.2 Dung dịch mẫu thử

Chuyển phần mẫu thử (6.1) và 300 ml nước vào bình định mức dung tích 500 ml (4.2) và khuấy để hòa tan, thêm nước đến vạch và trộn.

Nếu muối nitrit có chứa các chất khử không hòa tan có thể ảnh hưởng đến lượng kali permanganat được sử dụng thì lọc dung dịch mẫu thử qua chén lọc hoặc giấy lọc (4.4).

6.3 Dung dịch mẫu trắng

Chuyển 50 g natri clofua (3.1) và 300 ml nước vào bình định mức dung tích 500 ml (4.2), khuấy để hòa tan, thêm nước đến vạch và trộn.

6.4 Xác định

Tiến hành với các dung dịch đã chuẩn bị trong 6.2 và 6.3 theo cách sau:

Chuyển 100,0 ml dung dịch sang bình nón dung tích 500 ml (4.3). Thêm 25,00 ml dung dịch chuẩn kali permanganat (3.4) và 5,0 ml dung dịch axit sulfuric loãng (3.2).

Để yên đúng 3 min và thêm 5,0 ml dung dịch kali iodua (3.3).

Chuẩn độ bằng dung dịch chuẩn natri thiosulfat 0,1 mol/l (3.5), sử dụng buret (4.1). Khi dung dịch gần như mất màu thì thêm 1 ml dung dịch hồ tinh bột (3.6) và tiếp tục chuẩn độ cho đến khi mất màu xanh trong ít nhất 3 s.

CHÚ THÍCH: Có thể sử dụng bộ chuẩn độ tự động có điện cực platin và có điện cực so sánh Ag/AgCl. Khi đó, không cần phải bổ sung dung dịch hồ tinh bột (3.6) trong quá trình xác định (6.4).

7 Tính và biểu thị kết quả

Hàm lượng nitrit trong mẫu thử, $\omega_{(\text{NaNO}_2)}$, tính bằng gam natri nitrit trên kilogram, theo công thức sau:

$$\omega_{(\text{NaNO}_2)} = 5 \times \frac{69}{2} \times C_{(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)} \times \frac{(V_0 - V_1)}{m}$$

$$\omega_{(\text{NaNO}_2)} = 172,5 \times C_{(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)} \times \frac{(V_0 - V_1)}{m}$$

Trong đó:

m là khối lượng phần mẫu thử (6.1), tính bằng gam (g);

V_1 là thể tích dung dịch natri thiosulfat (3.5) đã dùng để chuẩn độ dung dịch mẫu thử (6.2), tính bằng mililit (ml);

V_0 là thể tích dung dịch natri thiosulfat (3.5) đã dùng để chuẩn độ dung dịch mẫu trắng (6.3), tính bằng mililit (ml);

TCVN 10656:2014

$C_{(Na_2S_2O_3)}$ là nồng độ mol của dung dịch chuẩn natri thiosulfat (3.5), tính bằng mol trên lít (mol/l).

5 là hệ số pha loãng dung dịch mẫu thử (6.2) hoặc dung dịch mẫu trắng (6.3);

69 là khối lượng nguyên tử của natri nitrit tính bằng gam trên mol (g/mol);

2 là số mol natri thiosulfat tương ứng với 1 mol natri nitrit.

Kết quả được biểu thị đến hai chữ số thập phân.

8 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải nêu rõ:

- mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu thử;
- phương pháp lấy mẫu đã sử dụng, nếu biết;
- phương pháp thử đã sử dụng và viện dẫn tiêu chuẩn này;
- ngày thử nghiệm;
- kết quả thử nghiệm thu được;
- mọi chi tiết thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này cùng với các chi tiết bất thường khác có thể ảnh hưởng tới kết quả thử nghiệm.

Phụ lục A
(Tham khảo)

Độ chụm của phương pháp

Các phép phân tích do 11 phòng thử nghiệm thực hiện trên một mẫu, mỗi phòng thử nghiệm cho các kết quả thu được do cùng một người thực hiện hai phép phân tích trên một mẫu thử, cho các kết quả thống kê nêu trong Bảng A.1 dưới đây:

Bảng A.1 – Các kết quả thống kê về độ chụm của phương pháp

$\omega_{(\text{NaNO}_2)}$	k	p	n	s_r	s_R
5,93	11	11	2	0,04	0,065
Trong đó $\omega_{(\text{NaNO}_2)}$ là hàm lượng nitrit, tính bằng gam natri nitrit trên kilogam; k là số lượng người phân tích; p là số lượng phòng thử nghiệm; n là số lượng kết quả trên dây thử; s_r là độ lệch chuẩn lặp lại, tính bằng gam natri nitrit trên kilogam; s_R là độ lệch chuẩn tái lập, tính bằng gam natri nitrit trên kilogam.					