

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 10657:2014

Xuất bản lần 1

**MUỐI (NATRI CLORUA) – XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG
BROM VÀ IOT TỔNG SỐ (TÍNH THEO BROM) –
PHƯƠNG PHÁP CHUẨN ĐỘ NATRI THIOSULFAT**

*Sodium chloride – Determination of total bromine and iodine content
(expressed as bromine) – Titrimetric method with sodium thiosulphate*

HÀ NỘI - 2014

Lời nói đầu

TCVN 10657:2014 được xây dựng dựa trên cơ sở tài liệu của Hiệp hội muối Châu Âu EuSalt/ AS 006-2005 *Determination of total bromine and iodine (expressed as bromine). Titrimetric method with sodium thiosulphate*;

TCVN 10657:2014 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 brom và iot tổng số (tính theo brom) - Phương pháp chuẩn độ natri thiosulfat

Sodium chloride - Determination of total bromine and iodine content (expressed as bromine) - Titrimetric method with sodium thiosulphate

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp chuẩn độ để xác định hàm lượng brom và iot tổng số trong muối (natri clorua).

Phương pháp này có thể áp dụng cho các sản phẩm muối (natri clorua) chứa hàm lượng brom và iot tổng số (tính theo brom) bằng hoặc lớn hơn 3 mg/kg.

2 Nguyên tắc

Hòa tan mẫu thử trong nước.

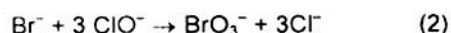
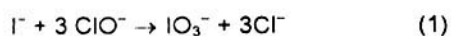
Oxy hóa iodua thành iodat và bromua thành bromat bằng natri hypoclorit trong môi trường đệm và loại bỏ chất oxi hóa dư bằng axit formic. Bổ sung axit clohydric và kali iodua để tạo ra iot tự do tương ứng với lượng iodat và bromat có mặt.

Chuẩn độ lượng iot tự do bằng natri thiosulfat, sử dụng hồ tinh bột làm chất chỉ thị.

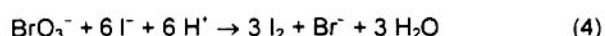
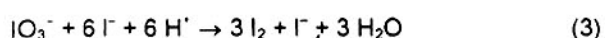
CHÚ THÍCH: Sự có mặt của các chất oxi hóa có thể cho kết quả không chính xác. Có thể tránh được nhiều do sắt (III) bằng cách tạo phức với EDTA.

3 Phản ứng

Quá trình oxy hóa iot và brom xảy ra các phản ứng sau:



Quá trình chuẩn độ iodat và bromat xảy ra các phản ứng sau:



CHÚ THÍCH: Cần có các ion clorua để hoàn thành phản ứng (1) và (2).

4 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.

4.1 Canxi carbonat, dạng rắn.

4.2 Axit clohydric, $C_{(\text{HCl})} \approx 4 \text{ mol/l}$.

4.3 Axit formic, $C_{(\text{HCOOH})} \approx 3 \text{ mol/l}$.

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

Chuẩn bị dung dịch này trong ngày sử dụng và bảo quản dung dịch trong chai tối màu.

4.5 Dung dịch natri hypoclorit, $C_{(\text{NaClO})} \approx 19 \text{ g/l}$

Chuẩn bị dung dịch này bằng cách pha loãng dung dịch natri hypoclorit kỹ thuật đậm đặc.

Dung dịch đã chuẩn bị chỉ sử dụng trong một tuần.

CHÚ THÍCH: Không sử dụng các dung dịch có bán sẵn trên thị trường dùng trong gia dụng, vì có thể chứa các chất phụ gia gây nhiễu.

4.6 Dung dịch đậm

Hòa tan 50 g natri dihydro orthophosphat ngậm hai phân tử nước ($\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), 50 g dinatri hydro orthophosphat ngậm mười hai phân tử nước ($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$), 50 g tetranatri pyrophosphat ngậm mười phân tử nước ($\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) và 150 g natri clorua trong 650 ml nước.

CHÚ THÍCH: Do sử dụng cùng một lượng dung dịch đậm cho mẫu và dung dịch mẫu trắng, nên không cần sử dụng các hóa chất hoàn toàn không chứa iot và brom.

4.7 Dung dịch chuẩn natri thiosulfat, $C_{(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)} = 0,01 \text{ mol/l}$.

Chuẩn bị dung dịch này bằng cách pha loãng dung dịch chuẩn $C_{(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)} = 0,1 \text{ mol/l}$ và chuẩn hóa bằng dung dịch kali iodat [$C_{(1/6 \text{KIO}_3)} = 0,01 \text{ mol/l}$].

4.8 Đốt metyl, dung dịch 0,5 g/l trong etanol 95 % thể tích.

4.9 Dung dịch hồ tinh bột, 2 g/l

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

5 Thiết bị, dụng cụ

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

5.1 Buret, có độ chính xác 0,01 ml.

5.2 Bình nón, dung tích 500 ml.

5.3 Cân, chính xác đến 0,01 g.

6 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.

7 Cách tiến hành

7.1 Phần mẫu thử

Dùng cân (5.3) cân khoảng 40 g mẫu thử (6.2), chính xác đến 0,01 g.

CHÚ THÍCH: Khi hàm lượng brom cùng với iot lớn hơn 200 mg/kg thì cần giảm phần mẫu thử (7.1) tương ứng.

7.2 Dung dịch mẫu thử

Chuyển phần mẫu thử (7.1) và 150 ml nước vào bình nón dung tích 500 ml (5.2). Khuấy để hòa tan

7.3 Dung dịch mẫu trắng

Chuyển 150 ml nước vào bình nón dung tích 500 ml (5.2).

7.4 Xác định

Tiến hành với các dung dịch đã chuẩn bị trong 7.2 và 7.3 theo cách sau:

Thêm 4 giọt đỏ metyl (4.8) và axit clohydric (4.2) cho đến khi dung dịch chuyển sang màu đỏ. Trung hòa dung dịch bằng cách thêm canxi carbonat (4.1) đến khi vẩn đục nhẹ.

Thêm 6,0 ml dung dịch đệm (4.6) và 5,0 ml dung dịch natri hypoclorit (4.5). Làm nóng đến $90^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$, đồng thời khuấy trộn liên tục để tránh nóng cục bộ và giữ ở nhiệt độ này trong 20 min.

Thêm 10 ml axit formic (4.3) và lắc nhẹ bình. Khi khí CO_2 ngừng thoát ra thì làm nguội đến 20°C và thêm 2,0 ml dung dịch kali iodua (4.4) và 25 ml axit clohydric (4.2). Lắc nhẹ bình và để yên 1 min.

Chuẩn độ bằng dung dịch chuẩn natri thiosulfat 0,01 mol/l (4.7), sử dụng buret (5.1). Khi dung dịch gần như mất màu thì thêm 1 ml dung dịch hồ tinh bột (4.9) và tiếp tục chuẩn độ cho đến khi mất màu xanh trong ít nhất 30 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 (4.9) trong quá trình xác định (7.4).

8 Tính và biểu thị kết quả

Hàm lượng brom cùng với iot trong mẫu thử, $\omega_{(\text{Br})}$, tính bằng miligam brom trên kilogam, theo công thức sau:

$$\omega_{(\text{Br})} = \frac{79,91}{6} \times 10^3 \times c_{(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)} \times \frac{1}{m \times 10^{-3}} \times (V_1 - V_0) \times 10^{-3}$$

$$\omega_{(\text{Br})} = 13,318 \times c_{(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)} \times \frac{1\,000}{m} \times (V_1 - V_0)$$

Trong đó:

m là khối lượng phần mẫu thử (7.1), tính bằng gam (g);

V_1 là thể tích dung dịch natri thiosulfat (4.7) đã dùng để chuẩn độ dung dịch mẫu thử (7.2), tính bằng mililit (ml);

V_0 là thể tích dung dịch natri thiosulfat (4.7) đã dùng để chuẩn độ dung dịch mẫu trắng (7.3) tính bằng mililit (ml);

$c_{(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)}$ là nồng độ mol của dung dịch chuẩn natri thiosulfat (4.7), tính bằng mol trên lít (mol/l);

79,91 là khối lượng nguyên tử của brom tính bằng gam trên mol (g/mol);

6 là số mol brom tương ứng với 1 mol natri thiosulfat;

10^{-3} là hệ số chuyển đổi từ gam sang kilogam ($1\text{ g} = 10^{-3}\text{ kg}$) và từ mililit sang lít ($1\text{ ml} = 10^{-3}\text{ lít}$),

10^3 là hệ số chuyển đổi từ gam sang miligam ($1\text{ g} = 10^3\text{ mg}$).

9 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 14 phòng thử nghiệm thực hiện trên ba 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

	Muối mỏ	Muối sấy bằng chân không	Muối biển
Số lượng phòng thử nghiệm tham gia	14	13	12
Hàm lượng brom trung bình, mg/kg	141	85	135
Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r , mg/kg	4	1	1
Độ lệch chuẩn tái lập, s_R , mg/kg	14	4	8

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] European Committee for the Study of Salt, ECSS/CN 172-1978, Statistical evaluation of the Interlaboratory Study of Br, K, Ca, Mg, F.
-