

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

**TCVN 11117:2015
ISO 3707:1976**

**AXIT PHOSPHORIC SỬ DỤNG TRONG CÔNG NGHIỆP
(BAO GỒM CẢ THỰC PHẨM) - XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG
CANXI - PHƯƠNG PHÁP HẤP THỤ NGUYÊN TỬ NGỌN
LỬA**

*Phosphoric acid for industrial use (including foodstuffs) - Determination of calcium content -
Flame atomic absorption method*

HÀ NỘI - 2015

Lời nói đầu

TCVN 11117:2015 hoàn toàn tương đương với ISO 3707:1976.

TCVN 11117:2015 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC47 Hóa học biên soạn, Tổng Cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Axit phosphoric sử dụng trong công nghiệp (bao gồm cả thực phẩm) – Xác định hàm lượng canxi – Phương pháp hấp thụ nguyên tử ngọn lửa

*Phosphoric acid for industrial use (including foodstuffs) –
Determination of calcium content – Flame atomic absorption method*

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp hấp thụ nguyên tử ngọn lửa để xác định hàm lượng canxi có trong axit phosphoric sử dụng trong công nghiệp (bao gồm cả thực phẩm).

2 Lĩnh vực áp dụng

Phương pháp này được áp dụng cho sản phẩm có hàm lượng canxi lớn hơn 50 mg/kg, tuy nhiên với đường chuẩn được chuẩn bị phù hợp, dải hấp thụ có thể đưa xuống 10 mg/kg.

Sự có mặt của silic dioxit (SiO_2) hòa tan trong dung dịch thử nghiệm ở các mức nhỏ hơn 5 $\mu\text{g/mL}$ không gây nhiễu.

3 Nguyên tắc

Thêm ion natri vào dung dịch axit clohydric của phần mẫu thử, các ion natri có tác dụng thúc đẩy và làm ổn định sự phát tán của canxi, còn các ion lantan có tác dụng ngăn cản các ảnh hưởng của nhôm. Phun sương dung dịch trên ngọn lửa axetylen-dinitơ monoxit và xác định hàm lượng canxi bằng phép đo độ hấp thụ quang tại vạch 422,7 nm phát xạ bởi đèn canxi catot rỗng.

4 Thuốc thử

Trong quá trình phân tích, chỉ sử dụng thuốc thử có cấp tinh khiết phân tích và nước cất hai lần trong bình thủy tinh borosilicat có khớp nối thủy tinh nhám, hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

4.1 Axit phosphoric, dung dịch 40 g/L không có canxi.

TCVN 11117:2015

Cân 29 g phospho (V) oxit (P_2O_5), chính xác đến 0,1 g và trải đều thành một lớp mỏng trên đĩa thích hợp. Để yên đĩa trong bình kín chứa nước (ví dụ bình hút ẩm có chứa nước tại khoang chứa chất hút ẩm), để tác động đến sự hydrat hóa lúc đầu. Sau đó hòa tan oxit đã bị hydrat hóa trong 1000 mL nước.

4.2 Axit clohydric, dung dịch khoảng 6 N.

4.3 Dung dịch hỗn hợp natri clorua và lantan clorua

Hòa tan 25,5 g natri clorua và 10 g lantan clorua heptahydrat ($LaCl_3 \cdot 7H_2O$) trong nước và pha loãng đến 100 mL.

1 mL dung dịch này chứa khoảng 100 mg Na và 100 mg lantan clorua heptahydrat.

4.4 Canxi, dung dịch tiêu chuẩn, tương ứng với 1,000 g Ca trong một lít.

Cân 2,4972 g canxi cacbonat, chính xác đến 0,0001 g, đã sấy trước tại nhiệt độ 250 °C trong 2 h và để nguội trong bình hút ẩm. Hoà tan cẩn thận lượng canxi cacbonat này trong cốc có dung tích phù hợp (ví dụ 600 mL) có chứa sẵn 30 mL dung dịch axit clohydric (4.2). Pha loãng dung dịch và chuyển định lượng vào bình định mức một vạch dung tích 1000 mL. Pha loãng đến vạch mức và lắc đều.

1 mL dung dịch tiêu chuẩn này chứa 1,000 mg Ca.

Bảo quản dung dịch này trong chai làm từ vật liệu không có canxi.

4.5 Canxi, dung dịch tiêu chuẩn, tương ứng với 0,050 g Ca trong một lít.

Chuyển 50,0 mL dung dịch tiêu chuẩn canxi (4.4) vào bình định mức một vạch dung tích 1000 mL, pha loãng đến vạch mức và lắc đều.

1 mL dung dịch tiêu chuẩn này chứa 50 µg Ca.

Chỉ chuẩn bị dung dịch này trước khi sử dụng.

5 Thiết bị, dụng cụ

Thiết bị, dụng cụ thông thường trong phòng thử nghiệm, làm từ vật liệu không chứa canxi và

5.1 Thiết bị quang phổ hấp thụ nguyên tử, trang bị buồng đốt với acetylen-dinitơ monoxit.

5.2 Đèn canxi catot rỗng.

6 Cách tiến hành

6.1 Phần mẫu thử

Tùy thuộc vào mẫu, cân khoảng 5 g mẫu thử, chính xác đến 0,001 g.

6.2 Chuẩn bị đường chuẩn

6.2.1 Chuẩn bị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn

Lấy một loạt năm bình định mức một vạch dung tích 100 mL, thêm một lượng axit phosphoric (4.1) sao cho mỗi bình chứa cùng lượng P_2O_5 như phần mẫu thử (6.1). Thêm 1 mL dung dịch hỗn hợp (4.3) và 4 mL dung dịch axit clohydric (4.2) và sau đó, thêm vào đáy bình lần lượt các thể tích dung dịch tiêu chuẩn canxi (4.5) theo Bảng 1.

Bảng 1 – Thể tích dung dịch tiêu chuẩn canxi

Dung dịch tiêu chuẩn canxi (4.5)	Khối lượng tương ứng của Ca
mL	μg
0*	0
1,0	50
2,0	100
4,0	200
6,0	300

* Phép thử trắng của đường chuẩn.

Pha loãng các lượng của từng bình đến vạch mức và lắc đều.

CHÚ THÍCH: Nếu dung dịch thử nghiệm chứa ít hơn 50 μg canxi (Ca) trong 100 mL, chuẩn bị thêm dung dịch tiêu chuẩn canxi loãng bằng cách pha loãng 10,0 mL dung dịch tiêu chuẩn canxi (4.5) đến 100 mL. Sử dụng dung dịch loãng hơn này để chuẩn bị đường chuẩn có dải nồng độ từ 0 μg đến 50 μg Ca trong 100 mL. Phép đo kèm phụ thuộc giới hạn này (6.3.2.2) cần phải thực hiện giữa hai dung dịch đối chứng tiêu chuẩn chênh lệch nhau 5 μg Ca trong 100 mL.

6.2.2 Phép đo quang phổ

6.2.2.1 Điều chỉnh thiết bị được lắp đèn canxi catot rỗng (5.2)

Bật nguồn thiết bị (5.1) với một thời gian đủ lâu để đảm bảo ổn định. Điều chỉnh bước sóng khoảng 422,7 nm và điều chỉnh độ nhạy và độ mở của khe hở theo đặc tính của thiết bị. Điều chỉnh áp suất axetylen-dinitơ monoxit theo đặc tính của thiết bị đốt. Điều chỉnh tốc độ phun từ 2 mL/min đến 4 mL/min.

6.2.2.2 Phép đo

Lần lượt phun một loạt dung dịch đối chứng tiêu chuẩn (6.2.1) vào ngọn lửa và đo độ hấp thụ mỗi dung dịch. Cần thận giữ tốc độ phun không đổi trong suốt quá trình chuẩn bị đường chuẩn.

Phun rửa buồng đốt bằng nước sau mỗi lần đo.

6.2.3 Dụng đường chuẩn

Vẽ đồ thị, ví dụ, trục hoành biểu diễn số microgam Ca có trong 100 mL dung dịch đối chứng tiêu chuẩn và trục tung biểu diễn giá trị dải hấp thụ được hiệu chỉnh tương ứng đã trừ đi giá trị dung dịch đối chứng tiêu chuẩn số 0.

6.3 Phép xác định**6.3.1 Chuẩn bị dung dịch thử nghiệm.**

Chuyển phần mẫu thử (6.1) vào bình định mức một vạch dung tích 500 mL và pha loãng đến khoảng 250 mL. Thêm 20 mL dung dịch axit clohydric (4.3). Pha loãng đến vạch mức và lắc đều.

Nếu hàm lượng canxi từ 50 mg/kg đến 200 mg/kg, thực hiện phép đo trực tiếp trong dung dịch thử nghiệm đã nhận được.

Nếu hàm lượng canxi cao hơn, thực hiện pha loãng theo như chỉ dẫn trong Bảng 2.

Bảng 2 – Pha loãng dung dịch thử nghiệm

Hàm lượng Ca dự kiến	Một phần dung dịch thử nghiệm (6.3.1) được lấy	Lượng dung dịch hỗn hợp (4.3) được lấy	Thể tích cuối của dung dịch
mg/kg	mL	mL	mL
200 đến 500	50	0,50	100
500 đến 1000	25	0,75	100
1000 đến 1500	20	0,80	100
1500 đến 2000	10	0,90	100

6.3.2 Phép đo quang phổ**6.3.2.1 Phép đo sơ bộ**

Thực hiện phép đo sơ bộ dung dịch thử nghiệm (6.3.1) tiến hành theo quy định trong 6.2.2.2, trong cùng một thời gian như phép đo bằng thiết bị quang phổ thực hiện dung dịch đối chứng tiêu chuẩn (6.2.1).

Từ đường chuẩn (6.2.3), tính nồng độ của Ca, tính bằng microgam trong 100 mL dung dịch thử nghiệm (6.3.1).

6.3.2.2 Phép đo kèm phụ thuộc giới hạn

Thực hiện lần đo thứ hai trong dung dịch thử nghiệm (6.3.1) bằng phép đo kèm phụ thuộc giới hạn hai dung dịch đối chứng tiêu chuẩn chênh lệch nhau 25 µg Ca trong 100 mL.

Để chuẩn bị các dung dịch đối chứng tiêu chuẩn này, tiến hành theo quy định trong 6.2.1, dùng một lượng phù hợp dung dịch tiêu chuẩn canxi (4.5).

7 Biểu thị kết quả

Nồng độ C của canxi, tính bằng microgam Ca trong 100 mL dung dịch thử nghiệm, theo công thức sau:

$$C = C_1 + (C_2 - C_1) \frac{A_0 - A_1}{A_2 - A_1}$$

trong đó

C_1 là nồng độ của dung dịch đo kèm có nồng độ nhỏ hơn, tính bằng microgam trong 100 mL;

A_1 là giá trị tương ứng của độ hấp thụ;

C_2 là nồng độ của dung dịch đo kèm có nồng độ lớn hơn, tính bằng microgam trong 100 mL;

A_2 là giá trị tương ứng của độ hấp thụ;

A_0 là giá trị hấp thụ tương ứng với dung dịch thử nghiệm (6.3.1).

Hàm lượng canxi (Ca), tính bằng miligam trong kilogam, theo công thức sau:

$$\frac{C}{m} \times \frac{500}{100} \times D = \frac{C}{m} \times 5 \times D$$

trong đó

C là nồng độ của canxi, tính bằng microgam trong 100 mL dung dịch thử nghiệm;

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

D là tỷ lệ pha loãng (xem Bảng trong 6.3.1);

5 là tỷ lệ thể tích dung dịch thử nghiệm (6.3.1) so với thể tích dung dịch hiệu chuẩn (6.2.1).

8 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm bao gồm ít nhất các thông tin sau:

a) Viện dẫn phương pháp sử dụng;

TCVN 11117:2015

- b) Kết quả thử nghiệm và đơn vị tính được sử dụng;
- c) Mọi dấu hiệu bất thường ghi nhận trong quá trình xác định;
- d) Thao tác bất kỳ không bao gồm trong tiêu chuẩn này hoặc lựa chọn tùy ý.

Phụ lục A

(Tham khảo)

Các tiêu chuẩn liên quan đến axit phosphoric sử dụng trong công nghiệp

TCVN 11114 (ISO 2997), *Xác định hàm lượng sulfat – Phương pháp khử và chuẩn độ.*

TCVN 11116 (ISO 3360), *Xác định hàm lượng flo – Phương pháp đo quang phức alizalin và lantan nitrat.*

TCVN 11117 (ISO 3707), *Xác định hàm lượng canxi – Phương pháp hấp thụ nguyên tử ngọn lửa.*

TCVN 11118 (ISO 4285), *Hướng dẫn kỹ thuật lấy mẫu.*

ISO 847, *Determination of sulphate content – Titrimetric method (Xác định hàm lượng sulfat – Phương pháp chuẩn độ).*

ISO 848, *Determination of calcium content – Titrimetric method (Xác định hàm lượng calci – Phương pháp chuẩn độ).*

ISO 849, *Determination of iron content – 2,2'-Bipyridyl spectrophotometric method (Xác định hàm lượng sắt – Phương pháp quang phổ kế 2,2'-Bipyridyl).*

ISO 3359, *Determination of arsenic content – Silver diethyldithiocarbamate photometric method (Xác định hàm lượng asen – Phương pháp đo quang bạc dietyldithiocacbamaf).*

ISO 3361, *Determination of soluble silica content – Reduced molybdosilicate spectrophotometric method (Xác định hàm lượng silic dioxit hòa tan – Phương pháp quang phổ khử molybdosilicat).*

ISO 3706, *Determination of total phosphorus (V) oxide content – Quynoline phosphomolybdate gravimetric method (Xác định tổng hàm lượng phospho (V) oxit – Phương pháp khối lượng phosphomolybdat quynoline).*

ISO 3708, *Determination of chloride content – Potentiometric method (Xác định hàm lượng clorua – Phương pháp điện thế).*

ISO 3709, *Determination of nitrogen oxides content – 3,4 Xylenol spectrophotometric method (Xác định hàm lượng các nitơ oxit – Phương pháp quang phổ kế 3,4 xylenol).*