

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 11876:2017

**MUỐI (NATRI CLORUA) - XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG
CLORUA - PHƯƠNG PHÁP ĐO ĐIỆN THẾ**

Sodium chloride - Determination of chloride content - Potentiometric method

HÀ NỘI - 2017

Lời nói đầu

TCVN 11876:2017 được xây dựng trên cơ sở tham khảo tài liệu của Hiệp hội muối Châu Âu EuSalt/AS 016-2005 *Determination of Chloride. Potentiometric method*;

TCVN 11876:2017 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC/F4 *Gia vị và phụ gia thực phẩm* biên soạn, 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 clorua - Phương pháp đo điện thế

Sodium chloride – Determination of chloride content – Potentiometric method

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp đo điện thế để xác định hàm lượng clorua trong muối (natri clorua).

2 Nguyên tắc

Clorua được xác định bằng cách chuẩn độ điện thế với dung dịch chuẩn bạc nitrat sử dụng bộ chuẩn độ tự động.

CHÚ THÍCH: Bổ sung ancol polyvinyl vào dung dịch phân tích để tránh hấp thụ clorua vào chất kết tủa bạc clorua.

3 Thuốc thử

Chỉ sử dụng các thuốc thử đạt chất lượng tinh khiết phân tích và sử dụng nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

3.1 Axit nitric, $C_{(HNO_3)} \approx 1,4 \text{ mol/l}$

Pha loãng 100 ml axit nitric đặc, $\rho \approx 1,40 \text{ g/ml}$, 65 % (khối lượng), bằng nước đến 1000 ml.

3.2 Dung dịch natri clorua, $\beta(\text{NaCl}) = 10,00 \text{ g/l}$

Hòa tan trong nước 10,00 g natri clorua (độ tinh khiết > 99,9 %), đã được sấy khô ở 250 °C trong 1 h, được cân chính xác đến 1 mg, vào bình định mức 1000 ml, thêm nước đến vạch và trộn.

Dung dịch này có thể sử dụng trong một tháng.

3.3 Dung dịch polyvinyl alcohol (PVA), $\beta_{(PVA)} \approx 2 \text{ g/l}$

Hòa tan 2 g PVA trong 1 lít nước và gia nhiệt từ 60 °C đến 70 °C để tan tốt hơn.

3.4 Dung dịch chuẩn bạc nitrat, $c_{(AgNO_3)} = 0,100 \text{ mol/l}$

Dung dịch này được chuẩn hóa như sau:

Chuyển 10,00 ml dung dịch natri clorua (3.2), 2 ml axit nitric (3.1) và 5 ml dung dịch PVA (3.3) vào bình chuẩn độ. Pha loãng bằng nước đến khoảng 50 ml.

Chuẩn độ clorua bằng dung dịch bạc nitrat (3.4.) như mô tả trong 6.3.

Nồng độ của dung dịch bạc nitrat, $c(AgNO_3)$, tính bằng mol/l, theo Công thức sau:

$$\omega_{AgNO_3} = \frac{m}{58,443} \times \frac{10}{V}$$

Trong đó:

m là khối lượng chính xác của natri clorua, được sử dụng để chuẩn bị dung dịch 3.2, tính bằng gam (g);

V là thể tích dung dịch bạc nitrat, được sử dụng để chuẩn độ, tính bằng mililit (ml).

Thực hiện ba phép xác định và tính giá trị trung bình của $c(AgNO_3)$.

4 Thiết bị, dụng cụ

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

4.1 Bộ chuẩn độ tự động có:

– Điện cực bạc và cặp điện cực chuẩn so sánh (Ag/AgCl/KCl/KNO₃). Dung dịch KNO₃ trong ống xả cần được thay mới hàng tháng.

– Buret 20 ml.

– Bình chuẩn độ 150 ml.

Bộ chuẩn độ tự động này cần được vận hành theo các điều kiện nêu trong Bảng 1 như sau:

Bảng 1 – Các điều kiện vận hành của bộ chuẩn tự động

Thông số	Giá trị
Các thông số chuẩn độ	
Chế độ	Phát hiện điện thế với chuẩn độ điểm tương đương động học
Độ lớn gần với điểm tương đương (EP)	25 μ l
Độ trôi tín hiệu sau khi thêm chất chuẩn độ	15 mV/min
Thời gian chờ tối đa sau khi thêm chất chuẩn độ	40 s
Khuấy trộn	Có

4.2 Bộ khuấy từ và thanh khuấy.

5 Lấy mẫu

Lấy khoảng 500 g mẫu đại diện cho toàn bộ lô hàng để phân tích.

6 Cách tiến hành

6.1 Phần mẫu thử

Cân khoảng 10 g mẫu thử, chính xác đến 1 mg.

6.2 Dung dịch mẫu thử

Chuyển phần mẫu thử (6.1) vào bình định mức 1000 ml và hòa tan trong nước, thêm nước đến vạch và trộn đều.

6.3 Xác định

6.3.1 Cài đặt thiết bị

Cài đặt tất cả các thông số của bộ chuẩn độ theo hướng dẫn của nhà sản xuất bao gồm các thông số trong 4.1.

6.3.2 Tiến hành đo

Dùng pipet đã được dùng để hiệu chuẩn dung dịch bạc nitrat (3.4), chuyển 10,00 ml dung dịch thử (6.2.) vào bình chuẩn độ. Thêm 2 ml axit nitric (3.1), 5 ml dung dịch PVA (3.3) và pha loãng bằng nước đến khoảng 50 ml.

Chuẩn độ bằng dung dịch bạc nitrat (3.4).

7 Tính và biểu thị kết quả

Tính hàm lượng clorua của mẫu, ω_{Cl} , bằng gam trên kilogram muối, theo Công thức sau:

$$\omega_{\text{Cl}} = V \times C_{\text{AgNO}_3} \times \frac{1000}{10 \times m} \times 35,453$$

Trong đó:

- m là khối lượng của mẫu thử (6.1), tính bằng gam (g);
- C_{AgNO_3} là nồng độ của dung dịch bạc nitrat (3.4), tính bằng mol trên lít (mol/l);
- V là thể tích dung dịch bạc nitrat được sử dụng để chuẩn độ dung dịch thử 6.2.

Tính hàm lượng natri clorua của mẫu, ω_{NaCl} , theo Công thức sau và được làm tròn đến một chữ số sau dấu phẩy:

$$\omega_{\text{NaCl}} = \omega_{\text{Cl}} \times \frac{58,443}{35,453}$$

Trong đó:

- ω_{NaCl} là hàm lượng natri clorua của mẫu, tính bằng gam trên kilogram (g/kg).

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;
- mọi thao tác không qui định trong tiêu chuẩn này, hoặc được xem là tùy chọn, cùng với mọi tình huống bất thường có thể ảnh hưởng đến kết quả thử nghiệm;
- kết quả thử nghiệm thu được hoặc nếu đáp ứng yêu cầu về độ lặp lại thì nêu kết quả cuối cùng thu được.

Phụ lục A

(Tham khảo)

Kết quả thống kê về độ chụm của phương pháp

Các phép phân tích do 14 phòng thử nghiệm thực hiện trên bốn mẫu, mỗi phòng thử nghiệm cho các kết quả thu được từ cùng một người thực hiện ba phép phân tích trên một mẫu cho các kết quả thống kê nêu trong Bảng A.1 dưới đây:

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

	Muối kết tinh chân không 1	Muối kết tinh chân không 2	Muối biển	Muối mỏ
Số lượng phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	14	14	13	14
Hàm lượng clorua trung bình, g/kg	999,9	998,5	999,2	992,1
Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r	1,2	1,3	1,1	2,1
Độ lệch chuẩn tái lập, s_R	1,5	2,1	1,6	4,9
Giới hạn lặp lại r	3,4	3,8	3,1	6,0
Giới hạn tái lập R	4,3	6,0	4,6	14,0

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] ISO 6227, *Chemical products for industrial use General method for determination of chloride ions Potentiometric method.*
- [2] Akzo Nobel – RGA F98021 (June 1998): Fanal Research Report: The determination of chloride in NaCl.
-