

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 11878:2017**

**MUỐI (NATRI CLORUA) - XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CANXI  
VÀ MAGIE - PHƯƠNG PHÁP ĐO THỨC CHẤT EDTA**

*Sodium chloride -*

*Determination of calcium and magnesium content - EDTA complexometric methods*

**HÀ NỘI - 2017**

**Lời nói đầu**

TCVN 11878:2017 được xây dựng trên cơ sở tham khảo ISO 2482:1973;

TCVN 11878:2017 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 canxi và magie - Phương pháp đo phức chất EDTA**

*Sodium chloride - Determination of calcium and magnesium contents -  
EDTA complexometric methods*

### **1 Phạm vi áp dụng**

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp đo phức chất EDTA để xác định hàm lượng canxi và magie trong muối (natri clorua), được chuẩn bị trong môi trường axit.

Phương pháp này có thể áp dụng để xác định canxi và magie tan trong nước với hàm lượng canxi và magie lớn hơn 0,001 % khối lượng.

CHÚ THÍCH: Trong các điều kiện đã được chấp nhận, mọi phép xác định có liên quan phải được tiến hành trong cùng môi trường, ngoại trừ phép xác định clorua được tiến hành trong dung dịch nước.

### **2 Tài liệu viện dẫn**

Các tài liệu viện dẫn sau rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi, bổ sung (nếu có).

TCVN 10240 (ISO 2479) *Muối (natri clorua) dùng trong công nghiệp – Xác định chất không tan trong nước hoặc trong axit và chuẩn bị các dung dịch chính dùng cho các phép xác định khác.*

### **3 Nguyên tắc**

Hòa tan phần mẫu thử và tách chất không tan.

Chuẩn độ dịch lọc thu được theo TCVN 10240 (ISO 2479), một mặt để xác định canxi, mặt khác để xác định tổng canxi và magie, dùng dinatri etylendiamintetra-axetat (EDTA) với sự có mặt của glyoxal-bis-(2-hydroxyanil) (GBHA) và thuốc nhuộm đen 11 (Cl 14645) làm chất chỉ thị tương ứng.

#### 4 Thuốc thử

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

##### 4.1 Natri hydroxit, $\rho = 1,08$ g/ml, khoảng 7,5 % khối lượng hoặc khoảng 2 N

Hòa tan 80 g natri hydroxit trong nước và pha loãng đến 1 000 ml.

##### 4.2 Etanol, 95 % thể tích

Có thể sử dụng ancol đã được biến tính bằng axeton, không màu.

##### 4.3 Dung dịch trietanolamin, 25 % thể tích.

Chuyển 25 ml trietanolamin vào bình định mức một vạch 100 ml, pha loãng đến vạch và trộn.

##### 4.4 Dung dịch đệm

Hòa tan 54 g amoni clorua trong nước. Thêm 350 ml dung dịch amoniac ( $\rho = 0,920$  g/ml) và pha loãng đến vạch trong bình định mức một vạch 1 000 ml.

##### 4.5 Dung dịch chỉ thị điểm kết thúc chuẩn độ

Chuẩn bị dung dịch này ngay trước khi xác định (6.1.2). Rót 50 ml nước vào bình nón 250 ml, sau đó thêm 2 ml dung dịch trietanolamin (4.3), 10 ml dung dịch natri hydroxit (4.1), 15 ml etanol (4.2) và 1,0 ml dung dịch glyoxal-bis-(2-hydroxyanil) (4.8).

##### 4.6 Dung dịch chuẩn dinatri etylenđiamintetra-axetat (EDTA), 0,02 M

Cân 7,445 g EDTA, chính xác đến 0,1 mg rồi hòa tan trong nước. Chuyển định lượng vào bình định mức một vạch 1 000 ml, pha loãng đến vạch và trộn.

##### 4.7 Dung dịch chuẩn dinatri etylenđiaminetetra-axetat (EDTA), 0,002 M

Lấy 100,0 ml dung dịch EDTA 0,02 M (4.6), cho vào bình định mức một vạch 1 000 ml, pha loãng đến vạch và trộn.

##### 4.8 Dung dịch glyoxal-bis-(2-hydroxyanil) (GBHA) trong etanol, khoảng 2,5 g/l

Lấy khoảng 0,25 g GBHA vào cốc thủy tinh màu nâu, có nút thủy tinh mài đậy kín. Thêm 100 ml etanol (4.2) và khuấy đến khi hòa tan.

**4.9 Thuốc nhuộm đen 11<sup>1)</sup>** (CI 14645), hỗn hợp khoảng 0,4 % khối lượng

Trộn kĩ 0,4 g thuốc nhuộm đen 11 với 100 g natri clorua để thu được hỗn hợp đồng nhất.

## **5 Thiết bị, dụng cụ**

Sử dụng các thiết bị, dụng cụ của phòng thử nghiệm thông thường.

## **6 Cách tiến hành**

### **6.1 Xác định canxi**

#### **6.1.1 Phần mẫu thử**

Lấy 50,0 ml dung dịch chính A<sup>2)</sup> chứa 100 g mẫu thử trong 1 000 ml.

#### **6.1.2 Phép xác định**

Chuyển phần mẫu thử (6.1.1) vào bình nón 250 ml. Thêm lần lượt 2 ml dung dịch trietanolamin (4.3), 10 ml dung dịch natri hydroxit (4.1), 15 ml etanol (4.2) và 1,0 ml dung dịch glyoxal-bis-(2-hydroxyanil) (4.8). pH của dung dịch phải lớn hơn 12. Cũng có thể thêm một lượng dung dịch natri hydroxit (4.1) đủ để tăng pH lên mức nêu trên. Đợi khoảng 2 min rồi chuẩn độ bằng dung dịch EDTA (4.6) cho đến khi màu của dung dịch chuyển từ đỏ sang vàng, tương ứng với màu của dung dịch chỉ thị điểm kết thúc chuẩn độ (4.5). Việc chuẩn độ phải được thực hiện trong thời gian ngắn hơn 3 min.

### **6.2 Xác định tổng canxi và magie**

#### **6.2.1 Phần mẫu thử**

Lấy 100,0 ml dung dịch chính A chứa 100 g mẫu thử trong 1 000 ml.

#### **6.2.2 Phép xác định**

Chuyển phần mẫu thử (6.2.1) vào bình nón 500 ml. Pha loãng đến khoảng 200 ml. Thêm 2 ml dung dịch trietanolamin (4.3), 5 ml dung dịch đệm (4.4) và một thể tích dung dịch EDTA (4.6) bằng gần hai lần thể tích đã sử dụng trong phép xác định canxi.

Đun đến 50 °C và thêm khoảng 0,1 g thuốc nhuộm đen 11 (4.9).

---

<sup>1)</sup> Một trong các tên thương mại của sản phẩm này là "Eriochrome black T".

<sup>2)</sup> Xem 7.3 của TCVN 10240 (ISO 2479).

## TCVN 11878:2017

Tiếp tục thêm từ từ dung dịch EDTA (4.6), đặc biệt gần đến điểm kết thúc chuẩn độ thì thêm rất chậm, cho đến khi màu của dung dịch thay đổi từ màu của rượu vang đỏ đến màu xanh nước biển (không có màu tím).

CHÚ THÍCH 1: Nếu dung dịch có màu xanh nước biển sau khi thêm thuốc nhuộm đen 11 (4.9) thì trước khi tiếp tục chuẩn độ, cần thêm 6 giọt dung dịch chứa magie etylenđiamintetra-axetat (Mg EDTA) 5 g/100 ml để đổi màu của chất chỉ thị sang màu đỏ.

CHÚ THÍCH 2: Nếu phép chuẩn độ trong 6.1 và 6.2 cần nhiều hơn 50 ml dung dịch EDTA (4.6) thì giảm khối lượng phần mẫu thử và sử dụng lượng này trong phép tính kết quả.

## 7 Biểu thị kết quả

### 7.1 Phương pháp tính và công thức

#### 7.1.1 Hàm lượng canxi

Hàm lượng canxi tan trong nước, tính bằng phần trăm khối lượng, theo Công thức sau:

$$V \times 0,02 \times 0,04008 \times \frac{1000}{50} \times \frac{100}{m} = 1,6032 \times \frac{V}{m}$$

Trong đó:

$V$  là thể tích của dung dịch EDTA (5.6) sử dụng trong phép xác định canxi, tính bằng mililit (ml);

$m$  là khối lượng của phần mẫu thử sử dụng để chuẩn bị dung dịch A, tính bằng gam (g);

$0,02 \times 0,04008$  là khối lượng của canxi tương ứng với 1 ml dung dịch EDTA (4.6), tính bằng gam (g).

#### 7.1.2 Hàm lượng magie

Hàm lượng magie tan trong nước, tính bằng phần trăm khối lượng, theo Công thức sau:

$$(V_1 - 2V) \times 0,02 \times 0,02432 \times \frac{1000}{100} \times \frac{100}{m} = \frac{(V_1 - 2V)}{m} \times 0,4864$$

Trong đó:

$V_1$  là thể tích của dung dịch EDTA (5.6) sử dụng trong phép xác định tổng canxi và magie, tính bằng mililit (ml);

$0,02 \times 0,02432$  là khối lượng của magie tương ứng với 1 ml dung dịch EDTA (4.6), tính bằng gam (g).

CHÚ THÍCH: Nếu hàm lượng canxi và magie tương ứng thấp hơn 0,02 % và 0,01 % (khối lượng) thì sử dụng dung dịch EDTA 0,002 M (4.7) và thay 0,02 bằng 0,002 trong công thức tính.

## 7.2 Độ lặp lại và độ tái lập

Các phép phân tích so sánh trên hai mẫu từ 19 phòng thử nghiệm thu được kết quả thống kê sau đây:

	Xác định canxi		Xác định magie	
	Muối bay hơi	Muối biển	Muối bay hơi	Muối biển
Giá trị trung bình (phần trăm khối lượng)	0,014	0,040	0,0014	0,006
Độ lệch chuẩn	đối với độ lặp lại ( $\sigma_r$ )	0,0003	0,0013	*
	đối với độ tái lập ( $\sigma_R$ )	0,0012	0,0022	*

\* Các phép tính này không được thực hiện bởi vì các kết quả có mức rất thấp, không thể lấy đến bốn chữ số thập phân.

## 8 Trường hợp đặc biệt: Xác định canxi và magie trong dung dịch chính được chuẩn bị trong môi trường axit

### 8.1 Nguyên tắc

Hòa tan phần mẫu thử trong môi trường axit và tách phần cặn không hòa tan.

Chuẩn độ các ion canxi và tổng các ion canxi và magie theo Điều 3.

### 8.2 Thuốc thử

Xem Điều 4.

### 8.3 Thiết bị, dụng cụ

Xem Điều 5.

### 8.4 Cách tiến hành

#### 8.4.1 Xác định canxi

##### 8.4.1.1 Phần mẫu thử

Lấy 50,0 ml dung dịch B<sup>3)</sup> chứa 100 g mẫu thử trong 1 000 ml.

##### 8.4.1.2 Phép xác định

Xem 6.1.2.

<sup>3)</sup> Xem 9.5.4 của TCVN 10240 (ISO 2479).

## **8.4.2 Xác định tổng canxi và magie**

### **8.4.2.1 Phân mẫu thử**

Lấy 100,0 ml dung dịch B chứa 100 g mẫu thử trong 1 000 ml.

### **8.4.2.2 Phép xác định**

Xem 6.2.2.

## **8.5 Biểu thị kết quả**

### **8.5.1 Hàm lượng canxi**

Hàm lượng canxi tan trong môi trường axit trong các điều kiện cụ thể đã cho, tính bằng phần trăm khối lượng, theo công thức 7.1.1, trong đó  $V$  là thể tích của dung dịch EDTA (4.6) được sử dụng để xác định canxi, tính bằng millilit (ml) và  $m$  là khối lượng của phần mẫu thử được sử dụng để chuẩn bị dung dịch B, tính bằng gam (g).

### **8.5.2 Hàm lượng magie**

Hàm lượng magie tan trong môi trường axit trong các điều kiện cụ thể đã cho, tính bằng phần trăm khối lượng, theo công thức 7.1.2, trong đó  $V_1$  là thể tích của dung dịch EDTA (4.6) được sử dụng để xác định tổng canxi và magie, tính bằng millilit (ml) và  $m$  là khối lượng của phần mẫu thử được sử dụng để chuẩn bị dung dịch B, tính bằng gam (g).

## **9 Báo cáo thử nghiệm**

Báo cáo thử nghiệm phải bao gồm các thông tin sau:

- a) viện dẫn phương pháp đã sử dụng;
  - b) kết quả và phương pháp biểu thị kết quả;
  - c) mọi tình huống bất thường ghi nhận được trong phép xác định;
  - d) mọi chi tiết thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này hoặc được coi là tùy chọn.
-