

TCVN 6341 : 1998

MUỐI IÔT
PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG IÔT

Iodated salt – Method for determination of iodate content

HÀ NỘI – 1998

Lời nói đầu

TCVN 6341 : 1998 thay thế điều 3.3.2 của TCVN 5647 - 1992

TCVN 6341 : 1998 do Ban kỹ thuật Tiêu chuẩn TCVN/TC/F13 Phương pháp phân tích và lấy mẫu biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn - Đo lường - Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học, Công nghệ và Môi trường ban hành.

Muối iôt –

Phương pháp xác định hàm lượng iôt

Iodated salt - Method for determinayion of iodate content

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định hàm lượng iôt dạng iôdat trong sản phẩm muối trộn iôdat.

2 Tiêu chuẩn trích dẫn

TCVN 3973 : 1984 Muối ăn - Phương pháp thử.

TCVN 4851 : 1989 Nước dùng trong phòng thí nghiệm

3 Dụng cụ và thuốc thử

- Cân, có độ chính xác tối thiểu đến 0,01 g;
- Bình nón dung tích 100 ml;
- Bình định mức dung tích 100 ml, 1000 ml;
- Buret dung tích 10 ml, chia độ đến 0,1 ml;
- Pipét dung tích 5 ml, 2 ml, chia độ đến 0,1 ml;
- Nước cất, theo TCVN 4851 : 1989;
- Kali iodua (KI), loại tinh khiết phân tích, dung dịch 10 %.

Hoà tan 100 g KI trong 900 ml nước cất trong bình định mức dung tích 1000 ml, bảo quản dung dịch ở chỗ tối, mát. Có thể sử dụng dung dịch này trong vòng 2 tháng kể từ ngày pha (lượng dung dịch này có thể dùng để xác định được khoảng 100 mẫu muối iôt).

- Natri thiosunfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$), dung dịch 0,005 M.

TCVN 6341 : 1998

Hoà tan 1,240 g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ trong 100 ml nước trong bình định mức dung tích 1 000 ml, lắc cho tan rồi thêm nước cho đến vạch, bảo quản dung dịch ở chỗ tối, mát. Có thể sử dụng dung dịch này trong vòng 1 tháng kể từ ngày pha (lượng dung dịch này có thể dùng để xác định khoảng 100 mẫu muối iôt). Chuẩn lại $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ trước khi dùng bằng dung dịch chuẩn KIO_3 pha từ ống chuẩn.

– Axit sunfuric, loại tinh khiết phân tích, dung dịch khoảng 10 %

Hoà tan 6 ml H_2SO_4 ($d = 1,84$) vào 90 ml nước cất trong bình định mức dung tích 100 ml (lượng dung dịch này có thể dùng để xác định được khoảng 100 mẫu muối iôt).

– Axit phosphoric, loại tinh khiết phân tích, dung dịch khoảng 10 %

Hoà tan 6 ml H_3PO_4 vào 90 ml nước cất.

– Hồ tinh bột, dung dịch 1%

Cân 1 g hồ tinh bột cho vào cốc dung tích 100 ml, thêm 10 ml nước cất nóng và đun sôi cho đến tan hết. Cho dung dịch NaCl bão hoà vào dung dịch hồ tinh bột đang nóng đến khoảng 50 ml rồi chuyển sang bình định mức dung tích 100 ml, thêm dung dịch NaCl bão hoà cho đến vạch. Bảo quản dung dịch ở chỗ tối, mát. Có thể sử dụng dung dịch này trong vòng 1 tháng kể từ ngày pha.

4 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu theo TCVN 3973 : 1984.

5 Cách tiến hành

Cân 10 g mẫu muối iôt, với độ chính xác đến 0,01 g, cho vào bình nón dung tích 100 ml, hoà tan bằng 30 ml nước cất, cho tiếp 0,2 ml dung dịch H_3PO_4 và lắc cho tan hết mẫu (nếu cần lọc nhanh qua giấy bằng đỏ, rửa 3 lần, mỗi lần bằng 5 ml nước cất). Thêm 1 ml dung dịch H_2SO_4 , 5 ml dung dịch KI .

Đậy bình bằng nút thuỷ tinh hoặc nắp kính đồng hồ và để yên chỗ tối khoảng 5 phút. Cho dung dịch chuẩn $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ vào buret. Nhỏ từng giọt $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ từ buret vào bình nón, chuẩn độ cho đến khi dung dịch có màu vàng nhạt. Cho tiếp 1 ml dung dịch hồ tinh bột (dung dịch sẽ xuất hiện màu xanh sẫm). Tiếp tục chuẩn độ cho đến khi dung dịch mất màu. Kết thúc chuẩn độ, ghi lại lượng natri thiosunfat đã tiêu hao trên buret để tính hàm lượng iôt dạng iôdat có trong muối trộn iôdat theo công thức dưới đây, hoặc tra bảng theo phụ lục A (Mỗi phép chuẩn độ hết chừng 20 phút).

Tiến hành xác định trên hai mẫu song song hoặc kết tiếp nhau. Kết quả của hai lần xác định cho phép chênh lệch nhau không được vượt quá 5 % giá trị trung bình. Nếu lớn hơn 5 % thì làm xác định thứ ba và lấy hai mẫu có kết quả gần nhau.

Đồng thời tiến hành kiểm tra mẫu trắng (mẫu không có muối).

Lấy kết quả của mẫu thử trừ đi kết quả của mẫu trắng để tính kết quả.

6 Tính kết quả

Hàm lượng iôt ở dạng kali iôdat KIO_3 (X), có trong 1 kg muối iôt, tính bằng miligam iôt, theo công thức sau :

$$X = 0,10575 \frac{V_1 - V_2}{m} \quad 1000 \quad k = 105,75 \frac{V_1 - V_2}{m} \quad k$$

trong đó :

0,10575 là lượng iôt tương ứng với 1 ml dung dịch natri thiosunfat 0,005 mol/l, tính bằng miligam;

V_1 là thể tích của dung dịch natri thiosunfat dùng để chuẩn độ mẫu thử, tính bằng mililit;

V_2 là thể tích của dung dịch natri thiosunfat dùng để chuẩn độ mẫu trắng, tính bằng mililit;

m là khối lượng của mẫu thử, tính bằng gam;

k là hệ số hiệu chỉnh nồng độ dung dịch natri thiosunfat.

Kết quả là trung bình cộng của kết quả hai lần xác định.

7 Báo cáo kết quả

Báo cáo kết quả phải chỉ ra phương pháp đã sử dụng và kết quả thử nghiệm thu được, chỉ rõ phương pháp biểu thị. Cũng phải đề cập đến tất cả các chi tiết thao tác không qui định trong tiêu chuẩn này, hoặc tùy ý lựa chọn, cùng với các chi tiết bất thường nào khác có thể ảnh hưởng tới kết quả.

Báo cáo kết quả cũng bao gồm tất cả mọi thông tin cần thiết về việc nhận biết đầy đủ mẫu thử.

Phụ lục A

Bảng tra quy đổi từ thể tích Na₂S₂O₃ 0,005 M tiêu hao sang hàm lượng iôt (ppm) tương ứng

V(ml) Na ₂ S ₂ O ₃	ppm iôt	V(ml) Na ₂ S ₂ O ₃	ppm iôt	V(ml) Na ₂ S ₂ O ₃	ppm iôt	V(ml) Na ₂ S ₂ O ₃	ppm iôt
0,0	0,0	2,5	26,5	5,0	52,9	7,5	79,4
0,1	1,1	2,6	27,5	5,1	54,0	7,6	80,4
0,2	2,1	2,7	28,6	5,2	55,0	7,7	81,5
0,3	3,2	2,8	29,6	5,3	56,1	7,8	82,5
0,4	4,2	2,9	30,7	5,4	57,1	7,9	83,6
0,5	5,3	3,0	31,7	5,5	58,2	8,0	84,6
0,6	6,3	3,1	32,8	5,6	59,2	8,1	85,7
0,7	7,4	3,2	33,9	5,7	60,3	8,2	86,8
0,8	8,5	3,3	34,9	5,8	61,4	8,3	87,8
0,9	9,5	3,4	36,0	5,9	62,4	8,4	88,9
1,0	10,6	3,5	37,0	6,0	63,5	8,5	89,9
1,1	11,6	3,6	38,1	6,1	64,5	8,6	91,0
1,2	12,7	3,7	39,1	6,2	65,6	8,7	92,0
1,3	13,8	3,8	40,2	6,3	66,7	8,8	93,1
1,4	14,8	3,9	41,3	6,4	67,7	8,9	94,2
1,5	15,9	4,0	42,3	6,5	68,8	9,0	95,2
1,6	16,9	4,1	43,4	6,5	69,8	9,1	96,3
1,7	18,0	4,2	44,4	6,7	70,9	9,2	97,3
1,8	19,0	4,3	45,5	6,8	71,9	9,3	98,4
1,9	20,1	4,4	46,6	6,9	73,0	9,4	99,5
2,0	21,2	4,5	47,6	7,0	74,1	9,5	100,5
2,1	22,2	4,6	48,7	7,1	75,1	9,6	101,6
2,2	23,3	4,7	49,7	7,2	76,2	9,7	102,6
2,3	24,3	4,8	50,8	7,3	77,2	9,8	103,7
2,4	25,4	4,9	51,9	7,4	78,3	9,9	104,7