

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 6619 : 2000

**AXIT PHOSPHORIC THỰC PHẨM VÀ
AXIT PHOSPHORIC KỸ THUẬT –
PHƯƠNG PHÁP THỬ**

*Phosphoric acid for food and for technical purpose –
Method of test*

HÀ NỘI - 2008

Lời nói đầu

TCVN 6619 : 2000 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn TCVN/TC 47 “*Hoá chất cơ bản*” xây dựng trên cơ sở dự thảo đề nghị của Công ty hoá chất Đức Giang, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng xét duyệt, Bộ Khoa học, Công nghệ và Môi trường (nay là Bộ Khoa học và Công nghệ) ban hành.

Tiêu chuẩn này được chuyển đổi năm 2008 từ Tiêu chuẩn Việt Nam cùng số hiệu thành Tiêu chuẩn Quốc gia theo quy định tại khoản 1 Điều 69 của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật và điểm a khoản 1 Điều 6 Nghị định số 127/2007/NĐ-CP ngày 1/8/2007 của Chính phủ quy định chi tiết thi hành một số điều của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật.

Axit phosphoric thực phẩm và axit phosphoric kỹ thuật – Phương pháp thử

Phosphoric acid for food and for technical purpose – Method of test

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này áp dụng cho axit phosphoric dùng trong thực phẩm và axit phosphoric kỹ thuật.

2 Tiêu chuẩn trích dẫn

TCVN 1694 - 75 Sản phẩm hoá học. Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu.

TCVN 1056 - 86 Thuốc thử. Phương pháp chuẩn bị các dung dịch cho phân tích trắc quang và phân tích đục khuếch tán.

TCVN 4851 - 89 (ISO 3696 : 1987) Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm. Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử.

TCVN 6618 : 2000 Axit phosphoric thực phẩm và axit phosphoric kỹ thuật – Yêu cầu kỹ thuật.

3 Phương pháp thử

3.1 Qui định chung

Hàm lượng các tạp chất được xác định theo nguyên tắc so màu và so độ đục với các mẫu chuẩn được chuẩn bị với các mức chất lượng tương ứng với bảng 1 TCVN 6618 : 2000.

Hoá chất dùng trong các phép thử là loại TKPT hoặc TKHH.

TCVN 6619 : 2000

Nếu không có chỉ dẫn nào khác thì pha chế các dung dịch bằng nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm theo TCVN 4851 - 89 (ISO 3696 : 1987).

3.2 Lấy mẫu

3.2.1 Lấy mẫu theo TCVN 1694 - 75, mẫu được lấy ở 5 % tổng số can chứa nhưng không ít hơn 3 can đối với lô hàng nhỏ (lô hàng ít hơn 60 can là lô hàng nhỏ). Mỗi xitéc lấy một mẫu.

3.2.2 Dùng dụng cụ chuyên dùng lấy mẫu ở ba vị trí theo chiều cao gần bề mặt chất lỏng, ở giữa và sát đáy dụng cụ chứa. Lượng mẫu lấy được ở mỗi lô hàng hoặc mỗi xitéc không ít hơn 0,5 lít.

3.2.3 Trộn đều mẫu lấy được cho vào hai lọ thuỷ tinh khô sạch có nút kín. Một lọ để phân tích, lọ còn lại bảo quản ở nơi khô mát ít nhất một tháng để khi cần đem phân tích trọng tài. Trên lọ đựng mẫu phải ghi rõ:

- tên sản phẩm;
- số hiệu lô hàng;
- ngày, tháng và nơi lấy mẫu.

3.3 Kiểm tra ngoại quan

Lấy khoảng 50 g mẫu vào cốc thuỷ tinh dung tích 100 ml. Dùng mắt để quan sát mẫu, cần tiến hành ở nơi sạch sẽ, đủ ánh sáng.

3.4 Xác định hàm lượng axit phosphoric

3.4.1 Phương pháp A (phương pháp trọng tài)

3.4.1.1 Thuốc thử, dung dịch và thiết bị:

- natri hidroxit, dung dịch 0,1 N;
- máy đo pH;
- máy khuấy từ.

3.4.1.2 Cách tiến hành

Cân khoảng 2,5 g mẫu (khoảng 1,5 ml) trong cốc cân ẩm có nắp chứa 5 ml nước chính xác đến 0,0001 g, chuyển vào bình định mức dung tích 250 ml, thêm nước đến vạch mức, lắc đều.

Dùng pipet lấy 25 ml dung dịch đã định mức, cho vào cốc dung tích 200 ml, cho que khuấy từ vào, thêm 75 ml nước và đặt lên máy khuấy từ.

Cho điện cực vào dung dịch, bật máy khuấy từ và chuẩn độ bằng dung dịch natri hidroxit đến pH bằng 4,6.

3.4.1.3 Tính kết quả

Hàm lượng axit phosphoric (H_3PO_4), tính bằng phần trăm, theo công thức:

$$\%H_3PO_4 = \frac{V \times 0,009799 \times 250 \times 100}{m \times 25} = \frac{V \times 9,799}{m}$$

trong đó

V là thể tích dung dịch natri hidroxit 0,1 N tiêu tốn để chuẩn độ, tính bằng mililit;

m là lượng mẫu lấy để chuẩn độ, tính bằng gam;

0,009799 là lượng axit phosphoric tương ứng với 1 ml dung dịch natri hidroxit 0,1 N, tính bằng gam.

3.4.2 Phương pháp B

3.4.2.1 Thuốc thử và dung dịch

- natri hidroxit, dung dịch 0,5 N;
- dung dịch bão hoà natri clorua, chuẩn bị như sau: hoà tan 400 g natri clorua trong 1000 ml nước, để yên trong 24 giờ, khuấy đều, lọc lấy dung dịch trong;
- phenolphtalein, dung dịch 1 % pha trong etanol 95 %.

3.4.2.2 Cách tiến hành

Cân khoảng 1 g mẫu trong cốc cân ẩm chứa 5 ml nước, chính xác đến 0,0001 g, hoà tan bằng 10 ml nước, thêm 30 ml dung dịch bão hoà natri clorua và chuẩn độ bằng dung dịch natri hidroxit 0,5 N cho tới khi xuất hiện màu hồng (chỉ thị phenolphtalein).

3.4.2.3 Tính kết quả

Hàm lượng axit phosphoric (H_3PO_4), tính bằng phần trăm, theo công thức:

TCVN 6619 : 2000

$$\%H_3PO_4 = \frac{V \times 0,0244975 \times 100}{m}$$

trong đó

V là thể tích dung dịch natri hidroxit 0,5 N tiêu tốn để chuẩn độ, tính bằng mililit;

m là lượng mẫu lấy để chuẩn độ, tính bằng gam;

0,0244975 là lượng axit phosphoric tương ứng với 1 ml dung dịch natri hidroxit 0,5 N, tính bằng gam.

3.5 Xác định hàm lượng clo

3.5.1 Thuốc thử và dung dịch

- axit nitric, dung dịch 25 %;
- bạc nitrat, dung dịch 0,1 N;
- dung dịch Clo chuẩn chứa 0,01 mg CL/ml, chuẩn bị theo TCVN 1056 - 86.

3.5.2 Cách tiến hành

Cân 5 g mẫu (khoảng 3 ml), chính xác đến 0,01 g, thêm 10 ml nước, chuyển dung dịch vào ống so màu.

Thêm 1 ml axit nitric, 1 ml bạc nitrat, lắc đều.

Mẫu đạt tiêu chuẩn nếu sau 10 phút dung dịch mẫu không đục hơn dung dịch chuẩn được chuẩn bị đồng thời với dung dịch mẫu, chứa trong cùng thể tích 1 ml axit nitric, 1 ml bạc nitrat và 0,025 mg Cl.

3.6 Xác định hàm lượng sunfat

3.6.1 Thuốc thử và dung dịch

Bari clorua có hồ tinh bột, chuẩn bị như sau: hoà tan 20 g bari clorua trong 90 ml nước, nếu dung dịch đục thì lọc qua giấy lọc không tàn, thêm 2,5 ml axit clohidric đậm đặc 35 đến 38 % , đun sôi dung dịch, thêm vào dung dịch còn nóng (vừa thêm vừa khuấy đều) 0,25 g hồ tinh bột.

Dung dịch sunfat chuẩn chứa 0,01 mg SO_4 /ml, chuẩn bị theo TCVN 1056 - 86.

3.6.2 Tiến hành thử

Cân 2 g mẫu (khoảng 1,2 ml) chính xác đến 0,01 g, thêm 10 ml nước, chuyển dung dịch vào ống so màu, thêm 2 ml bari clorua, lắc đều.

Mẫu đạt tiêu chuẩn nếu sau 30 phút dung dịch mẫu không đục hơn dung dịch chuẩn được chuẩn bị đồng thời với dung dịch mẫu và chứa trong cùng thể tích 2 ml bari clorua, 0,06 mg SO₄ đối với axit phosphoric thực phẩm và 0,1 mg SO₄ đối với axit phosphoric kỹ thuật.

3.7 Xác định hàm lượng sắt

3.7.1 Thuốc thử và dung dịch

- axit sunfosalisilic, dung dịch 5 %;
- nước amoniac 25 %;
- dung dịch sắt chuẩn chứa 0,01 mg Fe/ml, chuẩn bị theo TCVN 1056 - 86.

3.7.2 Cách tiến hành

Cân 1 g mẫu (khoảng 0,6 ml) chính xác đến 0,01 g, thêm 10 ml nước, chuyển dung dịch vào ống so màu, thêm 2 ml axit sunfosalisilic, 5 ml nước amoniac, lắc đều.

Mẫu đạt tiêu chuẩn nếu sau 15 phút màu vàng của dung dịch mẫu không đậm hơn màu vàng của dung dịch chuẩn được chuẩn bị đồng thời với dung dịch mẫu chứa trong cùng thể tích 0,01 mg Fe đối với axit phosphoric thực phẩm, 0,05 mg Fe đối với axit phosphoric kỹ thuật và 2 ml axit sunfosalisilic, 5 ml nước amoniac.

3.8 Xác định hàm lượng kim loại nặng

3.8.1 Thuốc thử và dung dịch

- natri hidroxit, dung dịch 10%;
- giấy công gô đỏ chuẩn bị như sau: hoà tan 0,1 g công gô đỏ trong 20 ml cồn 96 %, thêm nước đến 100 ml. Tắm dung dịch chỉ thị vào giấy lọc trắng và để khô trong không khí ở chỗ tối không có hơi amoniac;
- kali natri tatarat, dung dịch 5 %;
- thioaxetamit, dung dịch 2%;
- dung dịch chì chuẩn chứa 0,01 mg Pb/ml, chuẩn bị theo TCVN 1056 - 86.

3.8.2 Cách tiến hành

Cân 5 g mẫu (khoảng 3 ml) đối với axit phosphoric thực phẩm và 1 g mẫu (khoảng 0,6 ml đối với axit phosphoric kỹ thuật) chính xác đến 0,01 g, thêm 10 ml nước, chuyển dung dịch vào ống so màu, trung hoà bằng dung dịch natri hidroxit đến lúc giấy công gô chuyển từ màu xanh sang đỏ, thêm 2 ml kali natri tatarat, 2 ml natri hidroxit, 2 ml thioaxetamit, lắc đều.

TCVN 6619 : 2000

Mẫu đạt tiêu chuẩn nếu sau 10 phút, màu tối của dung dịch mẫu không đậm hơn màu tối của dung dịch chuẩn được chuẩn bị đồng thời với dung dịch mẫu và chứa trong cùng thể tích lượng dung dịch natri hidroxit, 2 ml kali natri tetrat, 2 ml thioacetamid, 0,05 mg Pb đối với axit phosphoric thực phẩm và 0,5 mg Pb đối với axit phosphoric kỹ thuật.

3.9 Xác định hàm lượng asen

3.9.1 Thuốc thử, dung dịch và thiết bị:

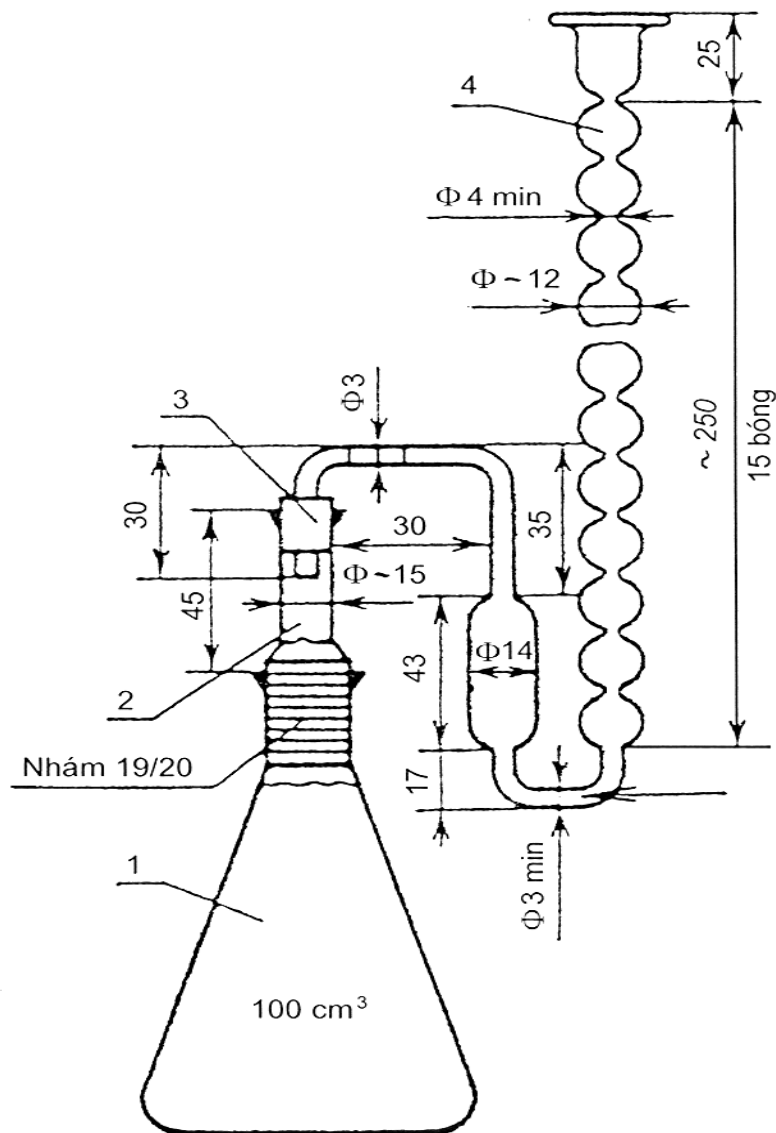
- nước cất;
- axit sunfuric 98 %, dung dịch 1 : 5;
- thiếc II clorua, dung dịch 10%;
- kẽm kim loại dạng hạt, không chứa asen;
- bông tẩm dung dịch chì axetat 1%;
- etanolamine 99%;
- Diethyl dithiocarbamat bạc (AgDDTC), chuẩn bị như sau: cân 0,12 g AgDDTC chính xác đến 0,01 g, hoà tan trong 20 ml cloroform 99%, thêm 2 ml etanolamine, khuấy đều, lọc lấy dung dịch trong (dùng khi mới chuẩn bị);
- dung dịch asen chuẩn chứa 0,01 mg As/ml, chuẩn bị theo TCVN 1056-86;
- dụng cụ xác định asen theo hình 1.

3.9.2 Cách tiến hành

Cân 10 g mẫu (khoảng 6 ml), đối với axit phosphoric thực phẩm và 0,1 g mẫu (1 g mẫu định mức trong 100 ml nước, hút ra 1 ml) chính xác đến 0,01 g, hoà tan trong nước, chuyển vào bình tam giác 100 ml của dụng cụ xác định asen. Thêm 40 ml nước, 30 ml axit sunfuric, 3 giọt thiếc II clorua, 5 g kẽm và đậy nhanh bình bằng phần trên của dụng cụ chứa dung dịch AgDDTC và bông tẩm dung dịch chì axetat.

Mẫu đạt tiêu chuẩn nếu sau 1 giờ màu dung dịch AgDDTC ở bình mẫu không đậm hơn màu của dung dịch AgDDTC ở bình chuẩn được chuẩn bị đồng thời với bình mẫu, chứa 20 ml nước, 30 ml axit sunfuric, 3 giọt thiếc II clorua, 5 g kẽm và 0,01 mg As.

Kích thước tính bằng milimét



1. Bình tam giác 100 cm³;
2. Bông tẩm chì axetat 1 %;
3. Cột bóng thủy tinh chứa dung dịch AgDDTC.

Hình 1 - Dụng cụ xác định asen

Phụ lục A

(Tham khảo)

Xác định hàm lượng asen

A.1 Thuốc thử, dung dịch và thiết bị

- nước cất;
- axit sunfuric đặc ($d = 1,84$ g/ml);
- kali permanganat, dung dịch 50 g/l;
- kali persunfat, dung dịch 40 g/l;
- hidroxylamin hydrocloridric, dung dịch 100 g/l;
- kali iodua, dung dịch 150 g/l;
- dung dịch thiếc clorua: hoà tan 55 gam $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ trong 25 ml axit clohidric đặc ($d = 1,19$ g/ml) và thêm nước đến 100 ml. Bảo quản dung dịch chỗ mát;
- dung dịch hấp thụ: hoà tan 0,12 g (cân chính xác đến 0,01 g) bạc dietyldithiocarbamat (AgDDTC) trong 20 ml cloroform 99%, thêm 2 ml etanolamin, khuấy đều, lọc lấy dung dịch trong (sử dụng dung dịch mới chuẩn bị);
- kẽm kim loại dạng hạt không chứa asen;
- đồng (II) sunfat, dung dịch 15%;
- asen, dung dịch chuẩn chứa 0,01 mg As/ml, chuẩn bị theo TCVN 1056-86;
- dụng cụ xác định asen theo hình A.1.

A.2 Cách tiến hành

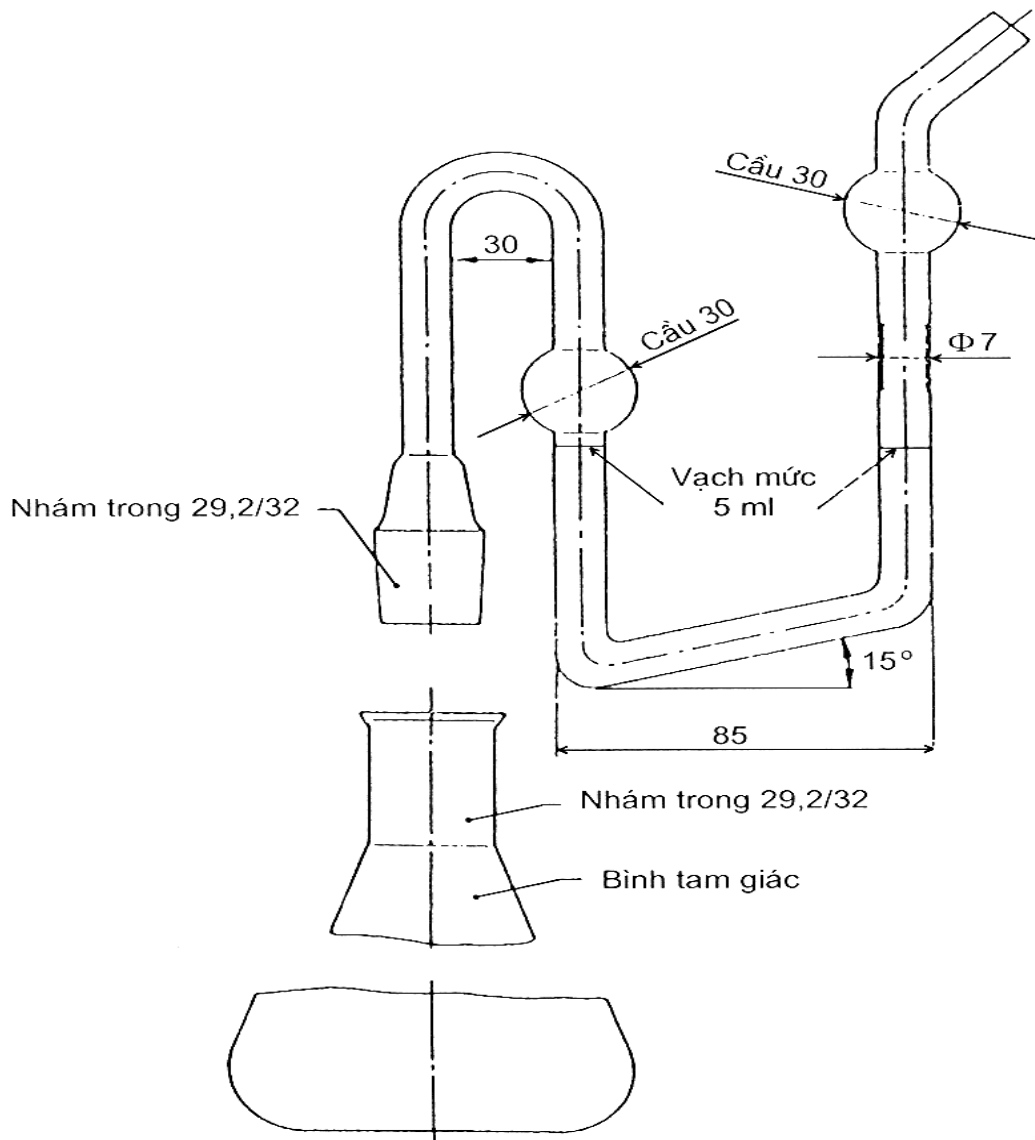
Cân 10 g mẫu (khoảng 6 ml) đối với axit phosphoric thực phẩm và 0,1 g mẫu (10 g mẫu định mức 100 ml bằng nước cất và hút 1 ml) đối với axit phosphoric kỹ thuật, chính xác đến 0,01 g, hoà tan trong nước, chuyển vào bình tam giác của dụng cụ xác định asen. Thêm 20 ml axit sunfuric đặc, 5 ml dung dịch kali permanganat và 50 ml dung dịch kali persunfat. Đun cách thuỷ ở nhiệt độ $90^\circ\text{C} - 95^\circ\text{C}$ trong vòng 30 phút. Để nguội dung dịch đến nhiệt độ phòng, thêm 20 ml dung dịch hidroxylamin hydrocloridric, 10 ml dung dịch kali iodua và 1 ml dung dịch thiếc clorua.

Hút chính xác 5 ml dung dịch hấp thụ và chuyển vào ống hấp thụ của dụng cụ xác định asen.

Thêm 1 ml dung dịch đồng sunfat, 15 g kẽm hạt vào bình tam giác và nhanh chóng đặt phần trên của dụng cụ xác định asen vào bình tam giác.

Mẫu đạt tiêu chuẩn nếu sau 1 giờ màu dung dịch AgDDTC ở bình mẫu không đậm hơn màu của dung dịch AgDDTC ở bình chuẩn được tiến hành đồng thời với bình mẫu, chứa 0,01 mg As và các thuốc thử như phần xác định mẫu.

Kích thước tính bằng milimét



Hình A.1 - Dụng cụ xác định asen