

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 10658:2014**

Xuất bản lần 1

**MUỐI (NATRI CLORUA) – XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG  
CANXI VÀ MAGIÊ – PHƯƠNG PHÁP ĐO PHỔ HẤP THỤ  
NGUYÊN TỬ NGỌN LỬA**

*Sodium chloride – Determination of calcium and magnesium content –  
Flame atomic absorption spectrometric method*

**HÀ NỘI - 2014**

## Lời nói đầu

TCVN 10658:2014 được xây dựng dựa trên cơ sở tài liệu của Hiệp hội muối Châu Âu EuSalt/ AS 009-2005 *Determination of calcium and magnesium Flame atomic absorption spectrometric method*;

TCVN 10658.2014 do Cục Chế biến Nông lâm thủy sản và nghề muối biên soạn, Bộ Nông nghiệp và Phát triển nông thôn đề nghị, 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 phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa**

*Sodium chloride - Determination of calcium and magnesium content -  
Flame atomic absorption spectrometric method*

### **1 Phạm vi áp dụng**

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp đo phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa để xác định hàm lượng canxi và magie trong muối (natri clorua) có thể tan trong nước.

Phương pháp này có thể áp dụng cho các sản phẩm muối (natri clorua) chứa hàm lượng canxi và magie bằng hoặc lớn hơn:

- 2,5 mg canxi và 1 mg magie trên một kilogam muối khi sử dụng ngọn lửa không khí/axetylen;
- 0,6 mg canxi và 1 mg magie trên một kilogam muối khi sử dụng ngọn lửa dinitơ oxit/axetylen.

### **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 10240:2013 (ISO 2479:1972), *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 mẫu thử trong nước, lọc các chất không tan, nếu cần.

Nguyên tử hóa phần mẫu thử trong ngọn lửa dinitơ oxit/axetylen hoặc ngọn lửa không khí/axetylen sau khi bổ sung các ion lantan để khử các chất có thể gây nhiễu.

Đo độ hấp thụ ở bước sóng 422,7 nm và 285,2 nm.

#### 4 Thuốc thử

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

**4.1 Axit clohydric,  $C_{(HCl)} \approx 1,19$  g/ml, dung dịch 37 % khối lượng.**

**4.2 Canxi carbonat.**

**4.3 Magie, kim loại có độ tinh khiết 99,95 %.**

**4.4 Dung dịch natri clorua,  $C_{(NaCl)} \approx 100$  g/l.**

Chuẩn bị dung dịch này bằng cách sử dụng muối chứa hàm lượng nguyên tố canxi và magie ở mức nhỏ hơn giới hạn nêu trong Điều 1 mười lần.

**4.5 Dung dịch lantan,  $C_{(La)} \approx 5$  g/l.**

CHÚ THÍCH: Khi sử dụng ngọn lửa dinitơ oxit/axetylen thì không cần sử dụng dung dịch này

Hòa tan 5,9 g lantan oxit ( $La_2O_3$ ) trong hỗn hợp của 15 ml axit clohydric (4.1) và 15 ml nước đựng trong bình định mức một vạch dung tích 1 000 ml (5.5). Thêm nước đến vạch và trộn.

Dung dịch này phải đáp ứng phép thử sau đây:

Pha loãng 20 ml dung dịch lantan (4.5) đến 100 ml trong bình định mức dung tích 100 ml (5.5) và đo độ hấp thụ theo 7.5.

Các giá trị độ hấp thụ thu được phải thấp hơn giá trị độ hấp thụ của dung dịch nước chứa tương ứng nồng độ canxi 30  $\mu\text{g/l}$  và nồng độ magie 10  $\mu\text{g/l}$ .

**4.6 Dung dịch chuẩn gốc canxi I,  $C_{(Ca)} \approx 1\,000$  mg/l**

Sử dụng dung dịch chuẩn có bán sẵn trên thị trường hoặc chuẩn bị dung dịch chuẩn như sau.

Dùng cân (5.4) cân 2 497 mg canxi carbonat (4.2) đã làm khô trước đó ít nhất 1 h ở nhiệt độ 250 °C và làm nguội trong bình hút ẩm, chính xác đến 1 mg. Hòa tan trong hỗn hợp của 20 ml nước và 20 ml axit clohydric (4.1) đựng trong bình định mức một vạch dung tích 1 000 ml (5.5), thêm nước đến vạch và trộn.

**4.7 Dung dịch chuẩn gốc canxi II,  $C_{(Ca)} = 10$  mg/l**

Dùng pipet (5.6) lấy 10,0 ml dung dịch chuẩn gốc canxi I (4.6) cho vào bình định mức một vạch dung tích 1 000 ml (5.5). Thêm nước đến vạch và trộn.

**4.8 Dung dịch chuẩn gốc magie I,  $C_{(Mg)} \approx 1\ 000\ \text{mg/l}$** 

Sử dụng dung dịch chuẩn có bán sẵn trên thị trường hoặc chuẩn bị dung dịch chuẩn như sau:

Dùng cân (5.4) cân 1 000 mg magie (4.3), chính xác đến 1 mg rồi hòa tan trong hỗn hợp của 20 ml nước và 20 ml axit clohydric (4.1) đựng trong bình định mức một vạch dung tích 1 000 ml (5.5), thêm nước đến vạch và trộn.

**4.9 Dung dịch chuẩn gốc magie II,  $C_{(Mg)} = 10\ \text{mg/l}$** 

Dùng pipet (5.6) lấy 10,0 ml dung dịch chuẩn gốc magie I (4.8) cho vào bình định mức một vạch dung tích 1 000 ml (5.5). Thêm nước đến vạch và trộn.

**5 Thiết bị, dụng cụ**

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

**5.1 Máy đo phổ hấp thụ nguyên tử** được trang bị đầu đốt dùng cho ngọn lửa không khí/axetylen hoặc ngọn lửa dinitơ oxit/axetylen.

**5.2 Đèn catod rỗng canxi.**

**5.3 Đèn catod rỗng magie**

**5.4 Cân phân tích**, chính xác đến 0,1 mg.

**5.5 Bình định mức một vạch**, dung tích 100 ml và 1 000 ml.

**5.6 Pipet**, có độ chính xác 0,01 ml.

**6 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu thử**

Tiêu chuẩn này không quy định việc lấy mẫu. Điều quan trọng là mẫu gửi đến phòng thử nghiệm phải đúng là mẫu đại diện và không bị hư hỏng hoặc suy giảm chất lượng trong quá trình bảo quản và vận chuyển.

Chuẩn bị mẫu thử theo TCVN 10240 (ISO 2479) và lấy khoảng 500 g mẫu thử để phân tích.

**7 Cách tiến hành****7.1 Phân mẫu thử**

Dùng cân (5.4) cân khoảng 100 g mẫu thử, chính xác đến 0,01 g.

**7.2 Dung dịch mẫu thử**

Chuẩn bị 1 000 ml dung dịch A (trong nước) hoặc dung dịch B (trong axit clohydric) theo TCVN 10240 (ISO 2479) với phần mẫu thử (7.1) đã được chuẩn bị.

Dùng pipet (5.6) lấy 20,0 ml dung dịch A hoặc dung dịch B, 2,00 ml axit clohydric (4.1) cho vào bình định mức một vạch dung tích 100 ml (5.5), nếu sử dụng ngọn lửa không khí/axetylen thì thêm 20,0 ml dung dịch lantan (4.5). Thêm nước đến vạch và trộn.

CHÚ THÍCH: Nếu hàm lượng canxi hoặc magie dự kiến có trong mẫu thử lớn hơn giá trị cực đại của đường chuẩn thì chuẩn bị dung dịch mẫu thử với một lượng dung dịch A hoặc dung dịch B nhỏ hơn. Do đó, thể tích dung dịch natri clorua (4.4) được sử dụng để chuẩn bị các dung dịch hiệu chuẩn cũng cần thay đổi tương ứng.

**7.3 Dung dịch mẫu trắng**

Pha loãng đến 1 000 ml các lượng tương tự của tất cả các thuốc thử được sử dụng để chuẩn bị dung dịch B (xem 7.2).

Dùng pipet (5.6) lấy 20 ml dung dịch này, 20 ml dung dịch natri clorua (4.4) và 2,00 ml axit clohydric (4.1) cho vào bình định mức một vạch dung tích 100 ml (5.5), nếu sử dụng ngọn lửa không khí/axetylen thì thêm 20,0 ml dung dịch lantan (4.5). Thêm nước đến vạch và trộn.

CHÚ THÍCH: Khi muối được hòa tan trong nước mà không hòa tan trong axit theo TCVN 10240 (ISO 2479) (trường hợp thông thường) thì có thể thay dung dịch mẫu trắng bằng dung dịch hiệu chuẩn zero.

**7.4 Dung dịch hiệu chuẩn**

Dùng pipet (5.6) chuyển vào một dãy năm bình định mức dung tích 100 ml (5.5), mỗi bình: 20 ml dung dịch natri clorua (4.4), 2,0 ml axit clohydric (4.1), các lượng dung dịch chuẩn gốc canxi II (4.7) và dung dịch chuẩn gốc magie II (4.9) như trong Bảng 1, nếu sử dụng ngọn lửa không khí/axetylen thì thêm 20,0 ml dung dịch lantan (4.5). Thêm nước đến vạch và trộn.

**Bảng 1 – Chuẩn bị các dung dịch hiệu chuẩn**

Dung dịch hiệu chuẩn	Dung dịch chuẩn gốc II ml		Nồng độ mg/l	
	Ca (4.7)	Mg (4.9)	Ca	Mg
1 <sup>(1)</sup>	0	0	0	0
2	2,0	0,4	0,20	0,04
3	5,0	1,0	0,50	0,10
4	10,0	2,0	1,00	0,20
5	20,0	4,0	2,00	0,40

<sup>(1)</sup> Dung dịch hiệu chuẩn zero.

## 7.5 Xác định

### 7.5.1 Cài đặt thông số thiết bị

Lắp đèn catod rỗng canxi (magie) (5.2 hoặc 5.3) vào máy đo phổ (5.1).

Cài đặt dòng điện của đèn, khe đo và áp suất của hỗn hợp không khí/axetylen (hoặc dinitơ oxit/axetylen) theo hướng dẫn của nhà sản xuất. Chính bước sóng để đạt được giá trị độ hấp thụ cực đại của đèn ở khoảng 422,7 nm hoặc 285,2 nm.

### 7.5.2 Đo phổ

Hút nước sau mỗi lần đo.

Hút các dung dịch vào ngọn lửa và xác định độ hấp thụ của từng dung dịch theo thứ tự sau:

- dung dịch hiệu chuẩn từ 1 đến 5 (7.4);
- dung dịch mẫu trắng (7.3);
- dung dịch mẫu thử (7.2);
- các dung dịch hiệu chuẩn.

## 7.6 Dụng cụ chuẩn

Lấy độ hấp thụ của từng dung dịch hiệu chuẩn trừ đi độ hấp thụ của dung dịch hiệu chuẩn zero và dựng đường chuẩn với nồng độ canxi (hoặc magie) tính bằng miligam trên lít trên trục hoành và độ hấp thụ đã hiệu chỉnh tương ứng trên trục tung.

Đường chuẩn phải tuyến tính.

## 7.7 Phép thử kiểm soát

Cần kiểm tra sự có mặt của các chất gây nhiễu trong các mẫu chưa biết thành phần bằng phương pháp thêm chuẩn.

## 8 Tính và biểu thị kết quả

### 8.1 Tính kết quả

Hàm lượng canxi (magie) trong mẫu thử,  $\omega_{(Ca)}$  ( $\omega_{(Mg)}$ ), tính bằng miligam trên kilogam, theo công thức sau:

$$\omega_{(Ca \text{ hoặc } Mg)} = 10^5 \times \frac{1}{m \times V} \times (C_1 - C_0)$$

## TCVN 10658:2014

Trong đó:

$m$  là khối lượng phần mẫu thử (7.1), tính bằng gam (g);

$V$  là thể tích dung dịch mẫu thử (xem 7.2), tính bằng mililit (ml);

$c_1$  là nồng độ canxi (magie) có trong dung dịch mẫu thử (7.2), tính bằng miligam trên lit (mg/l);

$c_0$  là nồng độ canxi (magie) có trong dung dịch mẫu trắng (7.3), tính bằng miligam trên lit (mg/l).

### 9 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;
- ngày thử nghiệm;
- kết quả thử nghiệm thu được;
- mọi chi tiết thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này cùng với các chi tiết bất thường khác có thể ảnh hưởng tới kết quả thử nghiệm.



**Phụ lục A**  
(Tham khảo)

**Độ chụm của phương pháp**

Các phép phân tích do một số phòng thử nghiệm thực hiện trên ba mẫu, mỗi phòng thử nghiệm cho các kết quả thu được do cùng một người thực hiện hai phép phân tích trên một mẫu thử, cho các kết quả thống kê nêu trong Bảng A.1 và Bảng A.2 như sau:

**A.1 Đối với canxi**

**Bảng A.1 – Các kết quả thống kê về độ chụm của phương pháp đối với canxi**

	Muối mỏ	Muối sấy bằng chân không	Muối biển
Số lượng phòng thử nghiệm tham gia	14	13	15
Hàm lượng canxi trung bình, mg/kg	1267	12	1054
Độ lệch chuẩn lặp lại, $s_r$ , mg/kg	40	0,16	21
Độ lệch chuẩn tái lập, $s_R$ , mg/kg	165	4,8	93

**A.2 Đối với magie**

**Bảng A.2 – Các kết quả thống kê về độ chụm của phương pháp đối với magie**

	Muối mỏ	Muối sấy bằng chân không	Muối biển
Số lượng phòng thử nghiệm tham gia	14	13	14
Hàm lượng magie trung bình, mg/kg	158	1,15	613
Độ lệch chuẩn lặp lại, $s_r$ , mg/kg	3	0,08	17
Độ lệch chuẩn tái lập, $s_R$ , mg/kg	16	0,91	28

**Thư mục tài liệu tham khảo**

- [1] European Committee for the Study of Salt, ECSS/CN 172-1978, Statistical evaluation of the Interlaboratory Study of Br, K, Ca, Mg, F.
-