

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 9697:2013

Xuất bản lần 1

**MUỐI (NATRI CLORUA) –
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG KALI – PHƯƠNG PHÁP
QUANG PHỔ HẤP THỤ NGUYÊN TỬ NGỌN LỬA**

*Sodium chloride – Determination of potassium –
Flame atomic absorption spectrometric method*

HÀ NỘI – 2013

Lời nói đầu

TCVN 9697:2013 được xây dựng trên cơ sở tham khảo tài liệu của Hiệp hội muối Châu Âu EuroSalt/AS 008-2005 *Determination of potassium – Flame atomic absorption spectrophotometric method*;

TCVN 9697:2013 do Cục Chế biến, Thương mại 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 kali – Phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa

*Sodium chloride – Determination of potassium –
Flame atomic absorption spectrometric method*

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa để xác định hàm lượng kali trong muối (natri clorua).

Phương pháp này có thể áp dụng cho các sản phẩm muối chứa hàm lượng kali bằng hoặc lớn hơn 2 mg/kg.

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).

ISO 2479 *Sodium chloride for industrial use – Determination of matter insoluble in water or in acid, and preparation of principal solutions for other determinations (Natri clorua dùng trong công nghiệp – Phương pháp xác định chất không tan trong nước hoặc trong axit và chuẩn bị các dung dịch chính cho các phép xác định khác).*

3 Nguyên tắc

Hòa tan mẫu thử trong nước hoặc trong axit, lọc các chất không tan, nếu cần.

Cho thêm caesi clorua làm chất đệm ion hóa, nguyên tử hóa phần mẫu thử trong ngọn lửa không khí-axetylen và đo độ hấp thụ ở bước sóng 766,5 nm hoặc ở 769,9 nm.

4 Thuốc thử

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

4.1 Dung dịch caesi clorua, $\beta_{(CsCl)} \approx 6,3$ g/l.

4.2 Dung dịch chuẩn gốc kali I, $\beta_{(K)} \approx 1000$ mg/l

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

Cân 1907 mg kali clorua đã được làm khô trước ít nhất 1 h ở nhiệt độ 400 °C và được làm nguội trong bình hút ẩm, chính xác đến 0,1 mg. Hòa tan trong nước đựng trong bình định mức một vạch 1000 ml (5.5), thêm nước đến vạch và trộn.

4.3 Dung dịch chuẩn gốc kali II, $\beta_{(K)} = 10$ mg/l

Chuyển 10,0 ml dung dịch chuẩn gốc kali I (4.2) vào bình định mức 1000 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 sử dụng hỗn hợp không khí-axetylen.

5.2 Đèn catod rỗng kali.

5.3 Cân phân tích, có thể cân chính xác đến 0,1 mg.

5.4 Cân, có thể cân chính xác đến 0,1 g.

5.5 Bình định mức, dung tích 100 và 1000 ml.

5.6 Pipet.

6 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu thử

6.1 Lấy mẫu

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

6.2 Chuẩn bị mẫu thử

Cần lấy khoảng 500 g mẫu để phân tích.

7 Cách tiến hành

7.1 Phần mẫu thử

Cân khoảng 100 g mẫu thử, chính xác đến 0,1 g.

7.2 Dung dịch thử

Chuẩn bị 1000 ml dung dịch A (trong nước) hoặc dung dịch B (trong axit clohydric) với phần mẫu thử (7.1) được chuẩn bị theo quy định trong ISO 2479.

Chuyển 1,00 ml dung dịch A hoặc dung dịch B (xem A.4 hoặc A.5) và 20 ml dung dịch caesi clorua (4.1) vào bình định mức 100 ml (5.5). Thêm nước đến vạch và trộn.

7.3 Dung dịch trắng

Pha loãng đến 1000 ml các lượng tương tự của tất cả các thuốc thử được sử dụng để chuẩn bị dung dịch B (xem 7.2).

Chuyển 1,00 ml dung dịch thử này và 20 ml dung dịch caesi clorua (4.1) vào bình định mức 100 ml (5.5). Thêm nước đến vạch và trộn.

7.4 Dung dịch chuẩn làm việc

Chuyển 20 ml dung dịch caesi clorua (4.1) và các thể tích của dung dịch chuẩn gốc kali II (4.3) vào dây tám bình định mức một vạch 100 ml (5.5) như trong Bảng 1. Thêm nước đến vạch và trộn.

Bảng 1 – Chuẩn bị các dung dịch chuẩn làm việc

Dung dịch chuẩn làm việc	Dung dịch chuẩn gốc kali II, ml	Hàm lượng kali tương ứng, mg/l
1 ^(*)	0	0
2	0,5	0,05
3	2,0	0,20
4	5,0	0,50
5	10,0	1,00
6	15,0	1,50
7	20,0	2,00
8 ^(**)	50,0	5,00

^(*) Dung dịch chuẩn làm việc zero.

^(**) Chuẩn bị dung dịch này nếu phép đo được thực hiện ở bước sóng 769,9 nm (xem A.5).

TCVN 9697:2013

7.5 Xác định

7.5.1 Cài đặt thiết bị

Trang bị máy đo phổ (5.1) với đèn catod rỗng kali (5.2).

Cài đặt dòng điện của máy và bước sóng của đèn, khe sáng và áp suất của hỗn hợp không khí-axetylen theo hướng dẫn của thiết bị. Chỉnh bước sóng phát xạ cực đại của đèn ở khoảng 766,5 nm hoặc ở 769,9 nm (xem A.5).

7.5.2 Đo phổ

Hút nước sau mỗi lần đo.

Hút các dung dịch vào ngọn lửa không khí-axetylen và xác định độ hấp thụ của các dung dịch theo thứ tự sau:

- dung dịch chuẩn làm việc từ 1 đến 7 (7.4);
- dung dịch trắng (7.3);
- dung dịch thử (7.2);
- các dung dịch chuẩn làm việc.

7.6 Dụng cụ chuẩn

Lấy độ hấp thụ của từng dung dịch chuẩn làm việc trừ đi độ hấp thụ của dung dịch chuẩn làm việc zero và dụng cụ chuẩn với nồng độ kali bằng miligam trên lít trên trục hoành và độ hấp thụ đã hiệu chỉnh tương ứng trên trục tung.

8 Tính kết quả

Tính hàm lượng kali trong mẫu, $\omega_{(K)}$, biểu thị bằng miligam trên kilogam (mg/kg), theo công thức sau:

$$\omega_{(K)} = \frac{(\beta_1 - \beta_0)}{m} \times \frac{V_1 \times V_3}{V_2}$$

Trong đó:

β_1 là nồng độ kali có trong dung dịch thử (7.2), tính bằng miligam trên lít (mg/l);

β_0 là nồng độ kali có trong dung dịch trắng (7.3), tính bằng miligam trên lít (mg/l);

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

V_1 là thể tích dung dịch A (hoặc dung dịch B) thu được từ phần mẫu thử (xem 7.2), tính bằng mililit (ở đây $V_1 = 1\ 000$ ml);

V_2 là thể tích dung dịch A (hoặc dung dịch B) được lấy để chuẩn bị dung dịch thử (xem 7.2), tính bằng mililit (ở đây $V_2 = 1$ ml);

V_3 là thể tích dung dịch thử thu được, tính bằng mililit (ở đây $V_3 = 100$ ml).

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;
- 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;
- kết quả thử nghiệm thu được.

Phụ lục A
(Tham khảo)

Các lưu ý về cách tiến hành

- A.1** Đảm bảo rằng trong quá trình chuẩn bị mẫu và trong quá trình phân tích không làm nhiễm kali.
- A.2** Tất cả các dụng cụ thủy tinh được dùng trong phép xác định này cần được rửa sạch như sau, sau đó được tráng kỹ bằng nước sau mỗi lần thao tác:
- bằng bàn chải và chất tẩy rửa nếu thành bình có mỡ bám
 - bằng axit nitric loãng, $C_{(\text{HNO}_3)} = 7 \text{ mol/l}$.
- A.3** Khi muối được hòa tan trong nước mà không hòa tan trong axit theo ISO 2479 (trường hợp thông thường) thì có thể dùng dung dịch chuẩn làm việc zero (xem 7.4) để thay cho dung dịch trắng (7.3).
- A.4** Nếu hàm lượng kali dự kiến nhỏ hơn 50 mg/kg muối thì chuẩn bị dung dịch thử (7.2) với 5 ml dung dịch A hoặc dung dịch B. Do đó, công thức trong Điều 8 cũng thay đổi tương ứng.
- A.5** Nếu hàm lượng kali dự kiến lớn hơn 2000 mg/kg muối, thì :
- pha loãng dung dịch mẫu thử A hoặc B (xem 7.2) và sử dụng một phần của dung dịch này;
 - hoặc đo các dung dịch ở bước sóng 769,9 nm. Khi đó, sử dụng các dung dịch 1, 4, 5, 6 và 8 (7.4) làm dung dịch chuẩn làm việc.
- Công thức trong Điều 8 phải điều chỉnh tương ứng.
- Trong mọi trường hợp, báo cáo mọi chi tiết có liên quan đến phép phân tích.

Phụ lục B
(Tham khảo)

Độ chụm

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 từ cùng một người thực hiện hai phép phân tích trên một mẫu, cho các kết quả thống kê về độ chụm như sau:

	Muối mỏ	Muối sấy bằng chân không	Muối biển
Số lượng phòng thử nghiệm tham gia	15	13	14
Giá trị trung bình, mg/kg	562	11	269
Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r , mg/kg	8	1,1	7
Độ lệch chuẩn tái lập, s_R , mg/kg	53	5,8	24