

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 9699:2013**

Xuất bản lần 1

**MUỐI (NATRI CLORUA) –  
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG IÔT TỔNG SỐ –  
PHƯƠNG PHÁP CHUẨN ĐỘ BẰNG NATRI THIOSULFAT**

*Sodium chloride – Determination of total iodine –  
Titrimetric method with sodium thiosulfate*

**HÀ NỘI – 2013**

## Lời nói đầu

TCVN 9699:2013 được xây dựng trên cơ sở tham khảo tài liệu của Hiệp hội muối Châu Âu EuroSalt/AS 002-2005 *Determination of total iodine content – Titrimetric method using sodium thiosulphate*;

TCVN 9699:2013 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.

## TCVN 9699:2013

### 3.3 Dung dịch kali iodua, $\beta_{(KI)} \approx 100$ g/l

Chuẩn bị dung dịch này ngay trong ngày sử dụng và bảo quản dung dịch trong chai tối màu.

### 3.4 Nước brom, đã bão hòa ở nhiệt độ môi trường.

### 3.5 Axit clohydric, $c_{(HCl)} = 0,1$ mol/l

### 3.6 Natri thiosulfat, $c_{(Na_2S_2O_3)} = 0,1$ mol/l, dung dịch thể tích chuẩn.

### 3.7 Natri thiosulfat, $c_{(Na_2S_2O_3)} = 0,01$ mol/l, dung dịch thể tích chuẩn

Chuẩn bị dung dịch này bằng cách pha loãng dung dịch thể tích chuẩn (3.6). Chuẩn hóa bằng dung dịch kali iodat  $c_{(1/6 KIO_3)} = 0,01$  mol/l.

### 3.8 Đỏ metyl, dung dịch 0,5 g/l trong etanol 95 % thể tích.

### 3.9 Dung dịch tinh bột, 2 g/l

Chuẩn bị dung dịch này từ tinh bột hòa tan ngay trước khi sử dụng.

## 4 Thiết bị, dụng cụ

Sử dụng các thiết bị, dụng cụ của phòng thử nghiệm thông thường và cụ thể dưới đây.

### 4.1 Buret, có thể phân phối các lượng 0,01 ml.

### 4.2 Bình nón có nút bằng thủy tinh mài, dung tích 500 ml.

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

## 5 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu thử

### 5.1 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.

### 5.2 Chuẩn bị mẫu thử

Cần lấy khoảng 500 g mẫu để phân tích.

## 6 Cách tiến hành

### 6.1 Phần mẫu thử

Cân khoảng 50 g mẫu thử (5.2), chính xác đến 0,1 g.

### 6.2 Dung dịch thử

Chuyển phần mẫu thử (6.1) vào 175 ml nước đựng trong bình nón 500 ml (4.2) và khuấy để hòa tan.

### 6.3 Dung dịch trắng

Cho 175 ml nước vào bình nón 500 ml (4.2).

### 6.4 Xác định

Tiến hành với các bình nón đã chuẩn bị trong 6.2 và 6.3 theo cách sau:

Cho 4 giọt đỏ metyl (3.8) và dung dịch axit clohydric 0,1 mol/l (3.5) đến khi bắt đầu thay đổi màu từ vàng sang da cam và sau đó thêm ngay 1,5 ml nước brom (3.4). Để yên 3 min.

Thêm vài viên bi thủy tinh, làm nóng và giữ sôi trong 5 min, khuấy và tránh kết tinh natri clorua.

Để yên 1 min, thêm 1,0 ml axit formic (3.2) theo cách sao cho tất cả bề mặt bên trong bình nón đều ướt và xoay bình.

Sau 1 min, làm nguội bình đến 20 °C, thêm 1,0 ml dung dịch axit phosphoric (3.1) và 1,0 ml dung dịch kali iodua (3.3). Xoay bình, đẩy nút bình nón và để yên nơi tối trong đúng 5 min.

Chuẩn độ bằng dung dịch thể tích chuẩn natri thiosulfat 0,01 mol/l (3.7), sử dụng buret (4.1). Khi dung dịch gần như mất màu thì thêm 1 ml dung dịch tinh bột (3.9) và tiếp tục chuẩn độ cho đến khi mất hẳn màu xanh trong ít nhất 3 s.

## 7 Tính và biểu thị kết quả

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

$$\omega_{(I)} = \frac{126,9}{6} \times c_{(Na_2S_2O_3)} \times \frac{1000}{m} \times (V_1 - V_0)$$

$$\omega_{(I)} = 21,15 \times c_{(Na_2S_2O_3)} \times \frac{1000}{m} \times (V_1 - V_0)$$

Trong đó:

$m$  là khối lượng phần mẫu thử (6.1), tính bằng gam (g);

**Phụ lục A**

(Tham khảo)

**Các lưu ý về cách tiến hành**

- A.1** Đối với hàm lượng iôt lớn hơn 20 mg/kg muối thì giảm tương ứng cỡ mẫu thử (6.1).
- A.2** Sự có mặt của các chất oxy hóa có thể làm cho kết quả không chính xác. Ion sắt (III) gây nhiễu có thể tránh được bằng cách tạo phức với EDTA.
- A.3** Có thể sử dụng bộ chuẩn độ tự động có điện cực platin và có điện cực so sánh Ag/AgCl. Khi đó, không cần phải bổ sung dung dịch tinh bột (3.9) trong quá trình xác định (6.4).

**Phụ lục B**

(Tham khảo)

**Độ chụm và giới hạn định lượng****B.1 Dữ liệu về độ chụm**

Các phép phân tích do 14 phòng thử nghiệm thực hiện trên sáu mẫu, mỗi phòng thử nghiệm cho các kết quả thu được từ cùng một người thực hiện ba phép phân tích trên một mẫu, cho các kết quả thống kê về độ chụm như sau:

Sản phẩm	$\omega_{(i)}$	$k$	$p$	$n$	$s_r$	$s_R$
Muối mỏ	24,4	13	13	3	0,77	1,55
Muối biển	11,6	13	13	3	0,65	1,05
	63,2	12	12	3	1,19	3,08
Muối sấy bằng chân không	4,6	13	13	3	0,34	0,50
	15,2	13	13	3	0,49	0,70
	45,1	12	12	3	1,11	1,41

Trong đó:

$\omega_{(i)}$  là tổng hàm lượng iot, tính bằng miligam trên kilogam;

$k$  là số lượng phòng phân tích;

$p$  là số lượng phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ;

$n$  là số lượng kết quả trên dây thử;

$s_r$  là độ lệch chuẩn lặp lại, tính bằng miligam trên kilogam;

$s_R$  là độ lệch chuẩn tái lập, tính bằng miligam trên kilogam.

**B.2 Giới hạn định lượng**

Giới hạn định lượng iot (LOQ = 3,5 mg/kg) được tính theo công thức sau:

$$LOQ = 10 \times s_r$$

Trong đó  $s_r$  là độ lệch chuẩn lặp lại của mẫu đại diện có hàm lượng iot gần với LOQ dự kiến (xem muối sấy bằng chân không, có hàm lượng iot 4,6 mg/kg).

Giá trị tính được này tương ứng với thể tích chất chuẩn độ [ $C_{(Na_2S_2O_3)} = 0,01 \text{ mol/l}$ ] là 0,8 ml.