

TCVN

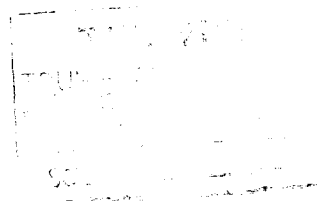
TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

TCVN 6487 : 1999

**BỘT CANH IỐT –
PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG IỐT**

*Iodated seasoning powder –
Method for determination of iodate content*

HÀ NỘI - 1999



Lời nói đầu

TCVN 6487 : 1999 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn TCVN/TCF 13 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.

Bột canh iốt - Phương pháp xác định hàm lượng iốt

Iodated seasoning powder - Method for determination of iodate content

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định hàm lượng iốt dạng iodat trong sản phẩm bột canh trộn iodat.

2 Tiêu chuẩn trích dẫn

- TCVN 6341 : 1998 Muối iốt - Phương pháp xác định hàm lượng iốt.
TCVN 4851 : 1989 Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm.
TCVN 3973 : 1984 Muối ăn - Phương pháp thử.

3 Dụng cụ và thuốc thử

- cân có độ chính xác đến 0,01 g và 0,0002 g;
- cốc thuỷ tinh dung tích 100 ml, 250 ml;
- bình nón dung tích 100 ml;
- bình định mức dung tích 100 ml, 1000 ml;
- buret dung tích 5 ml, 10 ml, chia độ đến 0,1 ml;
- pipét dung tích 5 ml, 2 ml, chia độ đến 0,1 ml;
- phễu lọc thuỷ tinh $\varphi = 9$ mm;
- giấy lọc băng đỏ $\varphi = 11$ mm;
- nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm theo TCVN 4851 : 1989;
- kali iodua (KI), loại tinh khiết phân tích, dung dịch 10%.

TCVN 6487 : 1999

Hoà tan 100 g KI trong cốc thuỷ tinh 250 ml rồi đổ vào bình định mức dung tích 1000 ml, sau đó thêm nước cất đến vạch, lắc đều. 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 bột canh iốt).

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

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 1000 ml, lắc cho tan sau đó cho nước cất đến vạch, lắc đều. 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 được khoảng 100 mẫu bột canh iốt).

Chuẩn lại nồng độ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ trước khi dùng bằng dung dịch chuẩn KIO_3 0,1 N từ ống chuẩn.

– Axít sunfuric, loại tinh khiết phân tích, dung dịch 30%:

Cho từ từ trong khi lắc 18 ml H_2SO_4 ($d=1,84$) vào khoảng 50 ml nước cất có sẵn trong bình định mức dung tích 100 ml, rồi thêm nước cất tới vạch lắc đều (lượng dung dịch này có thể dùng để xác định được khoảng 50 mẫu bột canh iốt).

– Axít photphoric, loại tinh khiết phân tích, dung dịch 10%:

Hoà tan 6 ml H_3PO_4 ($d=1,87$) vào khoảng 50 ml nước cất có sẵn trong bình định mức dung tích 100 ml, thêm nước cất tới vạch mức.

– 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 khoảng 50 ml dung dịch NaCl bão hoà vào dung dịch hồ tinh bột đang nóng, lắc tan đều rồi chuyển sang bình định mức dung tích 100 ml, thêm tiếp dung dịch NaCl bão hoà cho đến vạch, lắc đều. Bảo quản dung dịch ở chỗ tối, mát. Có thể sử dụng dung dịch này trong vòng một tháng kể từ ngày pha.

4 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu

Theo TCVN 3973 : 1984.

5 Cách tiến hành

Cân 10 g mẫu bột canh iốt chính xác đến 0,01 g cho vào cốc dung tích 100 ml, hoà tan bằng 30 ml nước cất và lắc cho tan hết mẫu. Lọc bằng giấy lọc bằng đổ vào bình tam giác dung tích 100 ml, rửa 3 lần, mỗi lần bằng 5 ml nước cất. Lúc này dung dịch có màu vàng nhạt. Cho 5 ml dung dịch KI 10% lắc đều, thêm 0,2 ml dung dịch H_3PO_4 10%, 2 ml dung dịch H_2SO_4 30% vào dung dịch trên rồi đậy bình bằng nút thuỷ tinh hoặc nắp kính đồng hồ và để yên khoảng 5 phút, dung dịch có màu vàng đậm rõ rệt. Cho dung dịch chuẩn độ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,005 M 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 đậm hơn màu vàng khi chưa cho KI một chút. Dùng lại 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 xanh, trở lại màu vàng

nhạt ban đầu, kết thúc chuẩn độ, ghi lại lượng natri thiosunfat đã tiêu hao trên buret (để tính hàm lượng iốt dạng iốtđat có trong bột canh iốt theo công thức dưới đây hoặc tra bảng theo phụ lục A.

Tiến hành phân tích hai mẫu song song hoặc kế tiếp nhau, chênh lệch kết quả của hai lần phân tích không được vượt quá 5% giá trị trung bình. Nếu lớn hơn 5% phân tích lại lần thứ 3 và lấy hai kết quả có giá trị gần nhau. Khi phân tích nếu thấy hàm lượng iốt trong bột canh thấp hơn trên 30% so với bình thường thì phải làm lại với hai mẫu khác song song hoặc kế tiếp nhau để tránh kết luận sai.

Đồng thời tiến hành kiểm tra mẫu trắng (mẫu không có bột canh iốt).

6 Tính kết quả

Hàm lượng iốt ở dạng KIO_3 (X) có trong 1 kg bột canh iốt, tính bằng miligam iốt, theo công thức sau:

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

trong đó

0,10575 là số miligam iốt tương ứng với 1ml dung dịch natri thiosunfat 0,05 mol/l;

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;

Nồng độ dung dịch $Na_2S_2O_3$ có thể chuẩn lại bằng ống chuẩn KIO_3 0,1 N, hoặc M/6. Tốt nhất nên pha $Na_2S_2O_3$ từ ống chuẩn 0,1 N trong 1 lít và chuẩn lại bằng KIO_3 fixanan.

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 qui đổi từ thể tích $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 0,005\text{M}$ tiêu hao sang
hàm lượng iôt (ppm) tương ứng

V(ml) $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$	ppm iôt	V(ml) $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$	ppm iôt	V(ml) $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$	ppm iôt	V(ml) $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$	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	6,6	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