# HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH

Mã số: HD.TN.293 Lần ban hành: 01 Ngày ban hành: 20/6/2018 Trang: **1/5** 

# MUỐI VÀ SẢN PHẨM TỪ MUỐI - XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG IOD

Salt - Determination of iodate content

Nhân viên biên soạn	Nhân viên xem xét	Nhân viên phê duyệt		
Trần Thị Hằng	Pham Thi Kim Cúc	Trần Thái Vũ		

THEO DÕI SỬA ĐỔI TÀI LIÊU

STT	Vị trí	Nội dung sửa đổi	Ngày sửa đổi				

#### HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH

Mã số: HD.TN.293 Lần ban hành: 01

Ngày ban hành: 20/6/2018

Trang: **2**/**5** 

#### I. Phạm vi áp dụng.

 Tiêu chuẩn này qui định phương pháp quy ước để xác định hàm lượng iod dạng iodat trong muối và sản phẩm muối.

#### II. Tài liệu tham khảo.

Phương pháp này dựa trên: TCVN 6341:1998

#### III. Nguyên tắc.

 Hàm lượng iod trong mẫu kết hợp với KI trong môi trường acid, lượng I<sub>3</sub><sup>-</sup> sinh ra sẽ chuẩn độ bằng Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> với chỉ thị hồ tinh bột.

#### VI. Thông tin an toàn phòng thí nghiệm.

- Các phương pháp an toàn phòng thí nghiệm cần phải được thực hiện nghiêm ngặt như sử dụng áo blouse, tủ hút, găng tay, khẩu trang, kính bảo hộ lao động khi cần thiết (thao tác pha axít HCl 8M và sử dụng hexan...)
- Các hoá chất thải phải được thu gom vào các bình chứa riêng biệt, cụ thể và có dán nhận biết.

#### B. PHÂN TÍCH

I. Thiết bị và dụng cụ phân tích.

Các dung cu thí nghiệm thông thường và

- Cân phân tích có độ chính xác tối thiểu 0.001.
- Bình nón có nút 250ml.
- Pipet các loại
- Bình đinh mức các loai
- Microburet 5ml
- Phễu lọc và giấy lọc.

#### II. Hoá chất và chất chuẩn.

- Nước cất
- KI 10%: 10g KI hòa tan trong 100ml nước cất (dung dịch được bảo quản trong chỗ tối, mát).
- Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 0.005M: hòa tan 1.240g Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.5H<sub>2</sub>O trong 100ml nước trong bình định mức 1L, lắc cho tan hết và thêm nước tới vạch. Chuẩn lại nồng độ chính xác của Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bằng K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>.
- H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 10%: hòa tan 6ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> đậm đặc vào 90ml nước cất, làm nguội dung dịch dưới vòi nước.
- H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> 10%: hòa tan 6ml H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> vào 90ml nước cất.
- Hồ tinh bột 1% trong nước cất nóng.

#### HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH

Mã số: HD.TN.293 Lần ban hành: 01

Ngày ban hành: 20/6/2018

Trang: **3**/**5** 

#### III. Kiểm soát QA/QC.

Trong mỗi đợt phân tích, nhân viên phân tích thực hiện các mẫu sau để kiểm soát chất lượng phân tích.

- Mẫu Blank hóa chất:
- ➤ Mẫu lặp

#### VI. Phân tích mẫu.

1. Chuẩn bị mẫu:

Chuẩn bị mẫu theo TCVN 3973:1984

- 2. Cách tiến hành
- Cân 10g muối, cho vào bình nón có nút , hòa tan bằng 30ml nước, cho tiếp 0.2ml  $H_3PO_4$  10% và lắc cho tan hết mẫu (nếu cần lọc nhanh qua giấy lọc bằng đỏ, rửa 3 lần, mỗi lần 5ml nước cất). Thêm 1ml  $H_2SO_4$  10%, 5ml KI.
- Đậy bình bằng nút thủy tinh và để yên ở chỗ tối khoảng 5 phút. Chuẩn độ bằng Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 0.005M cho đến khi dung dịch có màu vàng nhạt. Cho tiếp 1mL dung dịch hồ tinh bột ( dung dịch sẽ xuất hiện màu xanh sẫm). Tiếp tục chuẩn độ cho đến khi dung dịch mất màu. Kết thúc chuẩn độ, ghi lại lượng natrithiosunfat đã tiêu hao trên buret.
- Làm song song mẫu trắng (không có mẫu thử).

#### C. TÍNH TOÁN KẾT QUẢ.

Hàm lượng iod ở dạng iodat  $KIO_3(X)$  có trong 1kg muối, tính bằng miligam iod theo công thức sau ( hoặc tra bảng theo phụ lục A)

$$X = 105.75 * \frac{(V_2 - V_1)}{m} * k$$

Trong đó:

- m: khối lượng mẫu thử, tính bằng gam.
- V<sub>2</sub>:thể tích chuẩn đô mẫu thực,ml.
- $V_1$ : thể tích chuẩn độ mẫu trắng, tính bằng ml.
- k: hệ số hiệu chỉnh nồng độ dung dịch Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

### D. KIỂM SOÁT DỮ LIỆU QA/QC

# HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH

Mã số: HD.TN.293 Lần ban hành: 01

Ngày ban hành: 20/6/2018

Trang: **4/5** 

Kết quả là trung bình của ít nhất 2 lần lặp lại và có sự chênh lệch giá trị không quá 5% giá trị trung bình.

#### E. BÁO CÁO KẾT QUẢ.

- ✓ Kết quả phân tích được báo cáo theo biểu mẫu:
  - BM.15.04b
  - BM.15.06

Phụ lục A Bảng tra quy đổi từ thể tích Na₂S₂O₃ 0,005 M tiêu hao sang hàm lượng iôt (ppm) tương ứng

V(ml) Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	ppm iôt	V(ml) Na₂S₂O₃	ppm iôt	V(ml) Na₂S₂O₃	ppm iôt	V(ml) Na₂S₂O₃	ppm iôt
0,0	0,0	2,5	26,5	5,0	52,9	7,5	79,4

## HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH

Mã số: HD.TN.293 Lần ban hành: 01

Ngày ban hành: 20/6/2018

Trang: **5/5** 

	1,1		27,5			7,6	
0,1	2,1	2,6	28,6	5,1	54,0	7,7	80,4
0,2	3,2	2,7	29,6	5,2	55,0	7,8	81,5
0,3	4,2	2,8	30,7	5,3	56,1	7,9	82,5
0,4	5,3	2,9	31,7	5,4	57,1	8,0	83,6
0,5	6,3	3,0	32,8	5,5	58,2	8,1	84,6
0,6	7,4	3,1	33,9	5,6	59,2	8,2	85,7
0,7	8,5	3,2	34,9	5,7	60,3	8,3	86,8
0,8	9,5	3,3	36,0	5,8	61,4	8,4	87,8
0,9	10,6	3,4	37,0	5,9	62,4	8,5	88,9
1,0	11,6	3,5	38,1	6,0	63,5	8,6	89,9
1,1	12,7	3,6	39,1	6,1	64,5	8,7	91,0
1,2	13,8	3,7	40,2	6,2	65,6	8,8	92,0
1,3	14,8	3,8	41,3	6,3	66,7	8,9	93,1
1,4	15,9	3,9	42,3	6,4	67,7	9,0	94,2
1,5	16,9	4,0	43,4	6,5	68,8	9,1	95,2
1,6	18,0	4,1	44,4	6,5	69,8	9,2	96,3
1,7	19,0	4,2	45,5	6,7	70,9	9,3	97,3
1,8	20,1	4,3	46,6	6,8	71,9	9,4	98,4
1,9	21,2	4,4	47,6	6,9	73,0	9,5	99,5
2,0	22,2	4,5	48,7	7,0	74,1	9,6	100,5
2,1	23,3	4,6	49,7	7,1	75,1	9,7	101,6
2,2	24,3	4,7	50,8	7,2	76,2	9,8	102,6
2,3	25,4	4,8	51,9	7,3	77,2	9,9	103,7
2,4		4,9		7,4	78,3		104,7