

ĐỒ HỘP Xác định hàm lượng thiếc bằng phương pháp chuẩn độ		TCVN 1981 - 88
Консервы Титриметрический метод определения содержания олова	Canned foods Determination of tin content by titrimetric method	Có hiệu lực từ 01-01-1990

Tiêu chuẩn này thay thế TCVN 1981 - 77.

I. NỘI DUNG PHƯƠNG PHÁP

Dùng nhôm kim loại khử i on thiếc (IV) thành i on thiếc(II) ở môi trường axit, trong bầu khí trơ (nitơ hoặc cacbonic)

Cho một lượng dung dịch i ốt dư, sau khi tác dụng với ion thiếc (II), chuẩn lượng dung dịch i ốt dư bằng dung dịch natri thiosunfat.

2. QUY ĐỊNH CHUNG

Theo TCVN 1976 - 88

3. DỤNG CỤ

Bình nón nút mài 500 ml.

Máy kíp (đề điều chế khí cacbonic) hay bình khí nitơ.

Bình lọc khí cacbonic.

Cốc thủy tinh 50, 100, 200 ml.

Ống đong 10, 50, 100 ml.

Ống thủy tinh đường kính 5 - 6 mm.

4. THUỐC THỬ VÀ DUNG DỊCH

Iốt, dung dịch 0,01N.

Tinh bột tan, dung dịch 1% mới pha.

Natri thiosunfat, dung dịch 0,01N.

Axit clohidric, d = 1,19 g/ml.

Nhôm kim loại: Bột, hạt hay lá mỏng.

Đồng sunfat $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, dung dịch 5%.

5. TIẾN HÀNH THỬ

5.1. Cân khoảng 20 – 30 g hoặc dùng ống hút lấy 20 – 30 ml mẫu, vô cơ hóa mẫu theo TCVN 4622 – 88

Khi vô cơ hóa mẫu bằng phương pháp ướt thì sau khi thêm dung dịch $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ đun sôi đến bốc khói trắng (xem TCVN 4628 – 88 mục A, điều 5.3.) chuyển hết dung dịch vào bình nón dung tích 500 ml, dùng khoảng 50 ml nước, tráng bình ken đần nhiều lần cho thật sạch, góp chung nước rửa vào bình nón, làm nguội và thêm 25 ml axit clohidric đặc.

Khi vô cơ hóa mẫu theo phương pháp khô thì cuối cùng dùng HCl để hòa tan tro (xem TCVN 4622 – 88 mục B, điều 5.4). Chuyển hết dung dịch và dùng khoảng 50 ml nước tráng sạch bát vào bình nón dung tích 500 ml, làm nguội và thêm 25 ml axit clohidric đặc.

5.2. Đậy bình nón bằng nút cao su có khoan hai lỗ. Qua lỗ hứ nhất lắp một ống thủy tinh đường kính 5 – 6 mm, dài gần chạm đáy để dẫn khí cacbonic vào dung dịch. Lỗ kia lắp một ống thủy tinh dài xuống quá nút một ít để dẫn khí thoát ra.

Dẫn khí đã điều chế qua một bình rửa đựng dung dịch đồng sunfat 5% trước khi sục vào dung dịch. Sục khí cacbonic vào bình nón, mở nút cho vào bình 0,4 – 0,5 g nhôm hạt hay lá nhôm cắt thành mảnh nhỏ (nếu dùng bột nhôm thì phải thêm từ từ, để phòng dung dịch trào ra ngoài).

Sau vài phút, đợi khi khí hiđrô từ dung dịch thoát ra đã yếu đi đun nhẹ cho bọt khí thoát ra lẫn tan.

Khi nhôm đã tan hết, tiếp tục đun nóng cho đến khi bọt thiếc xộp tan hoàn toàn. Ngừng đun, sục khí cacbonic mạnh thêm, đồng thời làm nguội nhanh bình nón bằng cách ngâm nước lạnh. Khi bình đã nguội hẳn, ngừng sục khí cacbonic, hé mở nút, dùng ống hút cho thật nhanh 25 ml dung dịch i ốt 0,01N vào bình, lắc đều, dùng nước cất tráng kỹ các ống thủy tinh, nút và thành bình cho đến khi thể tích dung dịch trong bình khoảng 200 ml. Chuẩn độ ngay lượng i ốt dư bằng dung dịch natri thiosunfat cho đến khi dung dịch có màu vàng rom. Thêm 1 ml dung dịch

hồ tinh bột mới pha, tiếp tục chuẩn độ cho đến khi dung dịch mất màu xanh.

5.3. Tiến hành thí nghiệm kiểm tra trong các điều kiện như trên, dùng cùng lượng thuốc thử, nhưng dung dịch không có thiếc.

6. TÍNH KẾT QUẢ

6.1. Hàm lượng thiếc (X) tính bằng mg/kg theo công thức

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,5935 \cdot 1000}{m}$$

Trong đó: V_1 — thể tích dung dịch natrithiosunfat đã dùng trong thí nghiệm kiểm tra, ml.

V_2 — thể tích dung dịch natrithiosunfat tiêu tốn khi chuẩn độ lượng iốt dư, ml.

m — lượng cân mẫu, g.

0,5935 — lượng thiếc (mg) tương ứng với 1 ml dung dịch natrithiosunfat 0,01 N.

6.2. Nếu mẫu là chất lỏng và thể tích mẫu đã lấy là V_0 (ml) thì hàm lượng thiếc (X) tính bằng mg/l theo công thức trên nhưng thay m bằng V_0 .

6.3. Kết quả phân tích là trung bình cộng của kết quả hai lần xác định song song. Hai kết quả này không được chênh lệch quá 5% của kết quả trung bình.