

TCVN

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

TCVN 7274 : 2003

GS2/3 – 25 : 1994

**XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG ASEN
TRONG SẢN PHẨM ĐƯỜNG TINH LUYỆN
BẰNG PHƯƠNG PHÁP SO MÀU**

*The determination of arsenic in refined sugar products
by a colorimetric method*

HÀ NỘI 2003

Lời nói đầu

TCVN 7274 : 2003 hoàn toàn tương đương với GS2/3 - 25 : 1994:

TCVN 7274 : 2003 do Tiểu ban kỹ thuật Tiêu chuẩn TCVN/TC/SC 3 *Đường* biên soạn. Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị. Bộ Khoa học và Công nghệ ban hành.

Xác định hàm lượng asen trong sản phẩm đường tinh luyện bằng phương pháp so màu

The determination of arsenic in refined sugar products by a colorimetric method

1 Phạm vi và lĩnh vực áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định asen trong sản phẩm đường trắng và đường tinh luyện có nồng độ asen không quá 2 mg/kg.

2 Nguyên tắc

Phương pháp này dựa trên sự hình thành phức chất màu ở dạng asenua hydro khi asen được sục vào dung dịch bạc dietyldithiocacamat trong pyridin. Dung dịch mẫu được xử lý bằng hydro mới chế theo phương pháp Gutzeit tạo thành hydro sunfua và asen hydrua. Hydro sunfua được hấp thụ bằng chì axetat và asen hydrua được cuốn theo dòng khí hydro khi cho sục vào dung dịch bạc dietyldithiocacamat trong pyridin để tạo thành phức chất màu đỏ.

3 Thuốc thử và vật liệu

CẢNH BÁO VÀ YÊU CẦU VỀ AN TOÀN

Người sử dụng phương pháp này nên tham khảo các văn bản pháp luật về sức khỏe và an toàn của quốc gia trước khi sử dụng các thuốc thử này, cụ thể là Pyridin.

Tất cả các thuốc thử, nếu có thể phải là loại phân tích hoặc thích hợp để phân tích kim loại vết. Chỉ sử dụng nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

3.1 Axit clohydric, $\rho_{20} \approx 1.18$ g/ml.

3.2 Axit clohydric, khoảng 5.0 mol/l.

3.3 Dung dịch natri hydroxit, khoảng 0.05 mol/l.

3.4 Pyridin.

3.5 Kali iodua, thể rắn.

3.6 Kẽm, dạng hạt, không chứa asen.

3.7 Dung dịch chì axetat, khoảng 25 g/100 ml. Hoà tan 25 g chì axetat trong nước và thêm nước đến 100 ml.

3.8 Dung dịch thiếc (II) clorua, khoảng 40 g/ 100ml. Hoà tan 40 g thiếc (II) clorua ngâm hai phân tử nước trong axit clohydric loãng (3.2) và thêm axit clohydric đến 100 ml (3.2).

3.9 Thuốc thử bạc dietyldithiocarbamat, khoảng 0.5 g/100 ml. Hoà tan 0.5 g bạc dietyldithiocarbamat trong pyridin và thêm pyridin đến 100 ml.

3.10 Bông xơ đã thấm chì axetat. Nhúng bông xơ đã thấm vào dung dịch chì axetat (3.7). gói lại bằng giấy lọc và sấy ở nhiệt độ phòng.

3.11 Dung dịch asen tiêu chuẩn, 500 mg As/l. Hoà tan 0.660 g asen trioxit trong dung dịch natri hydroxit loãng (3.3) và thêm dung dịch natri hydroxit đến 1 l.

3.12 Dung dịch asen loãng tiêu chuẩn, 1 mg As/l. Pha loãng 2 ml dung dịch asen tiêu chuẩn (3.11) bằng nước đến 1 lít.

4 Thiết bị, dụng cụ

4.1 Dụng cụ thuỷ tinh phòng thử nghiệm tiêu chuẩn, bao gồm cả các pipet chia độ 2 ml, 5 ml và 10 ml.

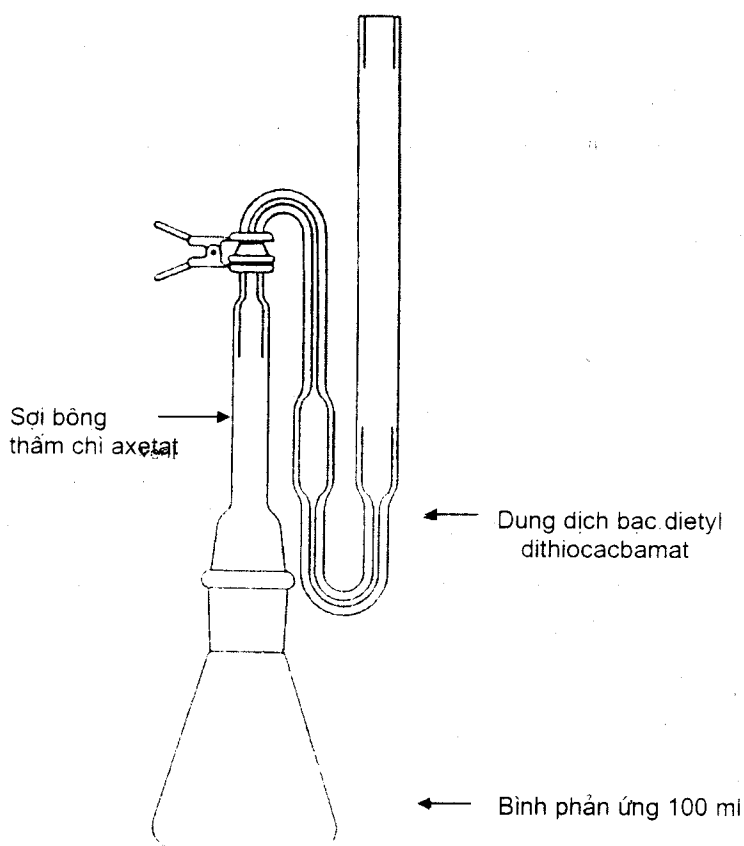
4.2 Bình phản ứng, dung tích 100 ml được gắn với ống hấp thụ như trong hình 1.

4.3 Máy đo quang phổ hoặc máy so màu, sử dụng ở bước sóng 540 nm.

4.4 Cân phân tích, có thể đọc đến 1 mg.

5 Chuẩn bị mẫu

Tùy thuộc hàm lượng asen trong mẫu, hoà tan trong nước từ 10 g đến 20 g đường trắng hoặc lượng chất khô tương đương của đường tinh luyện và thêm nước đến 100 ml.



Hình 1 – Bình phản ứng và ống hấp thụ

6 Cách tiến hành

6.1 Xác định asen. Dung dịch mẫu cần phân tích nên chứa từ 1 μg đến 10 μg asen. Chuyển 50 ml dung dịch mẫu ở điều 5 vào bình phản ứng của thiết bị nêu ở hình 1. Thêm 2 g kali iotua (3.5), hoà tan và thêm 2 ml dung dịch thiếc (II) clorua (3.8), sau đó thêm 10 ml axit clohydric (3.1) (hoặc thể tích vừa đủ để nồng độ axit clohydric trong bình khoảng 2 mol/l).

Nhồi một nút nhỏ làm bằng sợi bông đã thấm chì axetat (3.10) vào ống hấp thụ và chuyển 3 ml thuốc thử bạc dietylthiocarbamat (3.9) vào ống hình chữ U. Thêm 5 g đến 10 g kẽm (3.6) vào bình phản ứng và lắp nhanh lại dụng cụ hấp thụ, đảm bảo rằng tất cả các khớp nối được kín khí.

Để phản ứng xảy ra trong 45 phút trước khi tháo ống chữ U. Hoà tan hết các phức chất màu đỏ còn bám trên thành bình của ống hấp thụ bằng cách nghiêng bình và lắc đi lắc lại vài lần. Đảm bảo rằng thuốc thử đã được trộn đều và đo độ hấp thụ ở bước sóng 540 nm trong cuvet 1 cm, dùng nước trong cuvet để so sánh.

6.2 Đường chuẩn asen, chuyển lần lượt dung dịch asen loãng tiêu chuẩn (3.12) nằm ở các phần từ 0 ml đến 20 ml của bình chứa tương ứng với 2 μg , 4 μg , 8 μg , 12 μg , 16 μg và 20 μg asen vào các bình

định mức 100 ml và thêm nước đến vạch. Chuyển 50 ml của các phân dung dịch này (tương ứng với 1 µg, 2 µg, 4 µg, 6 µg, 8 µg và 10 µg asen) vào bình phản ứng và áp dụng qui trình mô tả trong 6.1 đối với mỗi dung dịch chuẩn. Dựng đường chuẩn theo các giá trị hấp thụ sau khi trừ đi giá trị mẫu trắng.

7 Tính và biểu thị kết quả

7.1 Tính toán

Từ đường chuẩn, suy ra lượng asen trong lượng đường trắng hoặc sản phẩm tinh luyện và biểu thị kết quả theo mg As/ kg.

7.2 Độ chụm. Thông thường, hàm lượng asen của đường trắng nằm trong khoảng từ 0.01 mg đến 0.05 mg As/kg, nhưng khó đạt được độ tin cậy cao. Các kết quả của một số phép xác định giới hạn về asen trong đường trắng, được ghi lại với độ lệch chuẩn tương đối về độ tái lập (RSD_R) nằm trong khoảng từ 93 % đến 185 %.

Thư mục tài liệu tham khảo

1. Proc. 15th Session ICUMSA, 1970, 172 – 182
 2. Proc. 16th Session ICUMSA, 1974, 224 – 2342
 3. Schneider F. ed. (1979): Sugar Analysis; ICUMSA Method. 100 – 102
 4. Proc. 17th Session ICUMSA, 1978, 264 – 277
-