

TCVN

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

TCVN 7275 : 2003

GS2/3 – 23 : 1994

**XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG ASEN VÀ CHÌ
TRONG ĐƯỜNG TRẮNG BẰNG QUANG PHỔ
HẤP THỤ NGUYÊN TỬ**

*The determination of arsenic and lead in white sugar
by atomic absorption spectroscopy*

HÀ NỘI – 2003

Lời nói đầu

TCVN 7275 : 2003 hoàn toàn tương đương với GS2/3 - 23 : 1994:

TCVN 7275 : 2003 do Tiểu ban kỹ thuật Tiêu chuẩn TCVN/TC/SC 3
Đương 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 và chì trong đường trắng bằng quang phổ hấp thụ nguyên tử

*The determination of arsenic and lead in white sugar
by atomic absorption spectroscopy*

1 Phạm vi và lĩnh vực áp dụng

Tiêu chuẩn này áp dụng cho đường trắng và sản phẩm đường tinh luyện chứa đến 0,3 mg/kg asen và 0,3 mg/kg chì.

2 Nguyên tắc

Mẫu được phân hủy ướt để loại bỏ chất hữu cơ có trong mẫu. Dung dịch này sau đó được phân tích bằng quang phổ hấp thụ nguyên tử Graphit đốt nóng (HGA AAS) sử dụng bước sóng 193,7 nm đối với asen và bước sóng 283,3 nm đối với chì, có hiệu chỉnh nền cho từng trường hợp. Đối với asen, sử dụng niken nitrat làm chất đệm để loại bỏ các chất gây nhiễu trong giai đoạn nguyên tử hoá và trong trường hợp xác định chì thì sử dụng amoni dihydro phosphat. Hiệu chuẩn bằng cách so sánh trực tiếp với các chuẩn.

3 Thuốc thử

CẢNH BÁO VÀ YÊU CẦU VỀ AN TOÀN

Người sử dụng phương pháp này nên tham khảo các văn bản pháp luật về đảm bảo sức khoẻ và an toàn của quốc gia trước khi sử dụng những thuốc thử này.

Tất cả thuốc thử phải có chất lượng cao nhất. Dùng nước cất hay nước đã loại ion có độ dẫn điện nhỏ hơn 5 $\mu\text{S}/\text{cm}$.

TCVN 7275 : 2003

3.1 **Axit nitric đậm đặc**, ($p_{20} \approx 1.42$ g/ml).

3.2 **Axit nitric 1% V/V**, pha loãng 10 ml axit nitric đậm đặc với nước cất đến 1 lít.

3.3 **Hydro peroxit**, khoảng 30 g/ 100 ml.

3.4 **Dung dịch niken nitrat**, khoảng 0.5 g/100 ml. Hoà tan 0.8 g niken nitrat ngâm 6 phân tử nước vào nước cất và thêm nước đến 100 ml.

3.5 **Dung dịch asen gốc**, 1 000 mg/l. Hoà tan 1.320 g asen oxit trong dung dịch kali hydroxit (20 g/100 ml). Trung hoà bằng axit sulphuric (20 g/100 ml) để điểm kết thúc chuyển màu phenolphthalein. Pha loãng bằng axit sulphuric (1 g/100 ml) đến 1 lít.

3.6 **Dung dịch amoni dihydro orthophosphat**, khoảng 4 g/100 ml. Hoà tan 4 g amoni dihydro phosphat trong nước cất và thêm nước đến 100 ml.

3.7 **Dung dịch chì gốc**, 1 000 mg/l. Hoà tan 1.598 g chì (II) nitrat trong axit nitric loãng (3.2) và pha loãng bằng dung dịch axit nitric đến 1 lít.

4 Thiết bị dụng cụ

Rửa tất cả dụng cụ thủy tinh bằng dung dịch axit nitric loãng (1 ml axit nitric đậm đặc/100 ml) và tráng bằng nước cất trước khi sử dụng.

4.1 **Bình nón 100 ml**, có phễu lọc nhỏ bằng thủy tinh gắn với cổ.

4.2 **Máy quang phổ hấp thụ nguyên tử**, có hiệu chỉnh nền và sử dụng độ rộng 0.7 nm.

4.3 **Catot rộng để đo asen hoặc đèn điện cực tự do**, hoạt động ở bước sóng 193.7 nm.

4.4 **Catot rộng để đo chì hoặc đèn điện cực tự do**, hoạt động ở bước sóng 283.3 nm.

4.5 **Thiết bị nguyên tử hoá graphit đốt nóng**.

4.6 **Cân phân tích**, có thể đọc đến 1 mg.

5 Cách tiến hành

5.1 **Phá mẫu**. Cân chính xác khoảng 5,000 g mẫu, cho vào bình nón 100 ml và gắn một phễu nhỏ ở cổ (4.1). Thêm 10 ml axit nitric đậm đặc (3.1) vào bình và chuyển bình sang bếp điện. Trước tiên đun nhẹ cho đến khi hết khói nâu. Lấy bình ra khỏi nguồn nhiệt và để nguội trước khi thêm 5 ml hydro peroxit (3.3). Đưa bình trở về bếp điện và tiếp tục đun nhẹ cho đến khi khói nâu xuất hiện trở lại. Lặp lại

cách tiến hành này hai lần mỗi lần 5 ml dung dịch hydro peroxit, tiếp tục đun nóng nhẹ cho đến khi khói nâu xuất hiện lại. Khi khói nâu xuất hiện sau lần bổ sung dung dịch thứ ba, thì tăng nhiệt độ của bếp điện và tiếp tục đun cho đến khi chất lỏng còn lại chỉ vừa đủ bao phủ đáy bình. Lấy bình ra khỏi bếp điện, để nguội và chuyển lượng này vào bình định mức 50 ml và thêm nước cất đến vạch.

5.2 Chuẩn bị thuốc thử trắng. Chuẩn bị thuốc thử trắng theo cách tương tự như các dung dịch mẫu, bỏ qua 5 g mẫu từ giai đoạn phân huỷ mẫu.

5.3 Chuẩn bị dung dịch hiệu chuẩn. Chuẩn bị các dải mẫu chuẩn chứa 0,000 mg, 0,010 mg, 0,020 mg và 0,030 mg arsen và chì/ trên lít từ các dung dịch gốc có nồng độ 1 000 mg/l (3.5) và (3.7) bằng cách pha loãng trong axit nitric loãng (3.2) như sau:

- 10 ml dung dịch arsen gốc hoặc dung dịch chì gốc với nồng độ 1 000 mg/l pha loãng trong 1 000 ml để có được dung dịch arsen hoặc chì với nồng độ 10 mg/l.
- 10 ml arsen hoặc chì với nồng độ 10 mg/l pha loãng trong 1 000 ml để có được dung dịch arsen hoặc chì nồng độ 0,1 mg/l.
- 0 ml, 10 ml, 20 ml và 30 ml của arsen hoặc chì với nồng độ 0,1 mg/l pha loãng trong 100 ml để có được các dung dịch chuẩn arsen hoặc chì với nồng độ tương ứng là: 0 mg/l, 0,010 mg/l, 0,020 mg/l và 0,030 mg/l.

5.4 Hiệu chuẩn và xác định arsen. Đặt thời gian sấy, thời gian tro hoá và thời gian nguyên tử hoá và nhiệt độ theo hướng dẫn của nhà sản xuất. Tiến hành phân tích quang phổ ở bước sóng 193,7 nm với độ rộng 0,7 nm.

Thông thường, sử dụng thể tích bơm 30 μ l của mẫu hoặc dung dịch chuẩn với 15 μ l chất đệm niken nitrat (3.4) trong HGA.

Tiến hành mỗi phép phân tích hai lần hoặc cho đến khi đạt được kết quả giống nhau trong khoảng 10 %. Ghi lại diện tích pic.

Phân tích hai lần trong HGA các mẫu chuẩn có nồng độ 0,000 mg, 0,010 mg, 0,020 mg và 0,030 mg arsen trên lít. Ghi lại diện tích pic và vẽ đồ thị của diện tích pic trung bình theo nồng độ. Dùng đồ thị này để xác định nồng độ arsen trong các dung dịch mẫu.

Phân tích các mẫu, cứ 5 mẫu cho chạy lại mẫu chuẩn nồng độ 0,020 mg As/l, để chắc chắn rằng việc hiệu chuẩn đã ổn định. Nếu cho thấy thay đổi quá 10 %, thì hiệu chuẩn lại và phân tích lại tất cả các mẫu kể từ lần kiểm tra trước.

5.5 Hiệu chuẩn và xác định chì. Đặt thời gian sấy, thời gian tro hoá và thời gian nguyên tử hoá và nhiệt độ theo hướng dẫn của nhà sản xuất. Tiến hành phân tích quang phổ ở bước sóng 283,3 nm với độ rộng 0,7 nm.

Thông thường, sử dụng thể tích bơm của 30 µl mẫu hoặc dung dịch chuẩn cùng với 15 µl chất nền amoni dihydro ortophosphat (3.6) trong HGA.

Mỗi phép phân tích tiến hành hai lần như đối với asen trong 5.4. Ghi lại diện tích pic.

Phân tích hai lần trong HGA các mẫu chuẩn có nồng độ 0,000 mg, 0,010 mg, 0,020 mg và 0,030 mg chì trên lít. Ghi lại diện tích pic và vẽ đồ thị diện tích trung bình của các pic theo với nồng độ. Dùng đồ thị này để xác định nồng độ chì trong các dung dịch mẫu.

Phân tích các mẫu, cứ 5 mẫu cho chạy lại mẫu chuẩn nồng độ 0,020 mg Pb/l. để chắc chắn rằng việc hiệu chuẩn là ổn định. Nếu cho thấy thay đổi quá 10 %. thì hiệu chuẩn lại và phân tích lại tất cả các mẫu kể từ lần kiểm tra trước.

6 Biểu thị kết quả

6.1 Tính toán

Đối với asen, tính diện tích pic trung bình cho mỗi dung dịch mẫu được phân tích. Sử dụng giá trị này để xác định nồng độ của asen trong dung dịch bằng cách đối chiếu với đường chuẩn trong 5.4. Nồng độ của asen trong mẫu có thể được tính như sau:

$$\text{Asen mg/kg} = \frac{(\text{mg As/l, mẫu thử} - \text{mẫu trắng})}{\text{Khối lượng mẫu, g}} \times \text{thể tích dung dịch, ml}$$

Đối với chì, tính diện tích pic trung bình cho mỗi dung dịch mẫu được phân tích. Sử dụng giá trị này để xác định nồng độ của chì trong dung dịch bằng cách đối chiếu với đường chuẩn trong 5.5. Nồng độ của chì trong mẫu có thể được tính như sau:

$$\text{Chì mg/kg} = \frac{(\text{mg Pb/l, mẫu thử} - \text{mẫu trắng})}{\text{Khối lượng mẫu, g}} \times \text{thể tích dung dịch, ml}$$

Thư mục tài liệu tham khảo

1. Harvey C W (1994): Referee's Report General Subject 2. ICUMSA.
-