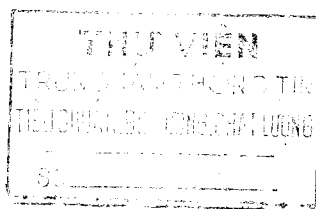


TCVN 5780 - 1994

**SỮA BỘT VÀ SỮA ĐẶC CÓ ĐƯỜNG
PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG ASEN (As)**



HÀ NỘI - 1994

Lời nói đầu

TCVN 5780 - 1994 được biên soạn dựa trên các tiêu chuẩn sau đây

- AOAC 1984 - 25.007; 25.041; 25.048
- ST SEV 4878 - 84.

TCVN 5780 - 1994 phù hợp với ISO 6634 - 82.

TCVN 5780 - 1994 do Bộ môn Hóa Phân tích Trường Đại học Tổng hợp Hà Nội biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn - Đo lường - Chất lượng đề nghị và được Bộ Khoa học Công nghệ và Môi trường ban hành.

SỮA BỘT VÀ SỮA ĐẶC CÓ ĐƯỜNG

PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG ASEN (As)

BẢN GỐC TCVN

Powder and sweetened condensed milk

Method for determination of arsenic content

Tiêu chuẩn này qui định các phương pháp xác định hàm lượng asen trong sữa bột và sữa đặc có đường sau khi đã được vô cơ hoá mẫu theo TCVN 4622 - 1994

Tiêu chuẩn này phù hợp với ISO 6634 - 82

1 Xác định asen bằng phương pháp so màu với thuốc thử bạc dietyldithiocacamat (phương pháp trọng tài)

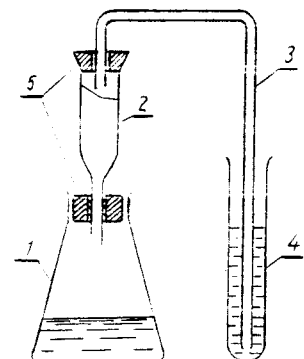
1.1 Nội dung

Phương pháp dựa trên cất asin (AsH_3) ra khỏi hỗn hợp rồi phản ứng với thuốc thử bạc dietyldithiocacamat trong pyridin cho một sản phẩm có màu đỏ nâu và được đo màu ở bước sóng 520nm.

1.2 Máy móc, dụng cụ

- Máy so màu có thể lấy được bước sóng 520 nm hoặc kính lọc tương đương, cuvet thủy tinh bề dày 1 cm.
- Bình hút ẩm có hút chân không.
- Bộ cất AsH_3 theo hình vẽ : (sơ đồ nguyên lý)

- 1- Bình phản ứng 100 - 250 ml
- 2- Ống nối bằng thủy tinh dài 15 cm có đường kính bên trong 1,5 cm, phía đuôi thắt nhỏ còn 0,5 cm.
- 3- Ống dẫn bằng thủy tinh dài 40cm, đường kính trong khoảng 0,4cm, đoạn đi lên dài 5 cm, đoạn nằm ngang 10cm, đoạn đi xuống 25 cm, phần cuối kéo dài thành một mao quản.
- 4- ống đựng dung dịch hấp thụ dài 15 cm, đường kính 1,5 cm. (ống chia độ)
- 5- Các nút bằng thủy tinh mài hoặc cao su.



1.3 Hóa chất

- Nước cất hai lần theo TCVN 2117 - 77 hoặc nước có độ tinh khiết tương đương;

Hình 1

- Axit sunfuric H_2SO_4 TKPT, dung dịch 1 : 10;
- Axit clohydric HCl TKPT, dung dịch đậm đặc và dung dịch 1M;
- Kali iodua KI TKPT, dung dịch 10%;
- Thiếc (II) clorua $SnCl_2$ TKPT, được chuẩn bị như sau : hoà tan 40 gam $SnCl_2 \cdot 2H_2O$ TKPT trong 60 ml HCl đậm đặc, thêm nước cất đến khoảng 100ml, đựng trong lọ kín, có một vài hạt Sn;
- Kẽm hạt Zn không chứa Asen;
- Natri hydroxit NaOH TKPT, dung dịch 1M;
- Kali hydroxit KOH TKPT, dạng viên;
- Bạc nitrat $AgNO_3$ TKPT;
- Pyridin C_5H_5N TKPT đã được cất lại khi có KOH;
- Dietyldithiocacbammat natri ($C_5H_{10}NS_2Na \cdot 3H_2O$) TKPT.
- Bạc dietyldithiocacbammat được chuẩn bị như sau : hòa tan 3,4g $AgNO_3$ trong 200ml nước cất, làm lạnh xuống dưới $10^\circ C$, hoà tan 4,5g dietyldithiocacbammat natri trong 200ml nước cất, làm lạnh xuống dưới $10^\circ C$. Vừa khuấy đều vừa thêm dung dịch dietyldithiocacbammat natri vào dung dịch $AgNO_3$, sau đó lọc qua phễu lọc G4, rửa bằng nước lạnh dưới $10^\circ C$, sấy trong bình hút ẩm có hút chân không ở nhiệt độ phòng trong khoảng 4 giờ, hoặc làm khô trong bình hút ẩm có chất làm khô, ép muối này giữa hai tờ giấy lọc trong thời gian 1 - 2 ngày, mọi thao tác cần được thực hiện trong điều kiện giảm ánh sáng. Bảo quản trong lọ nâu, có nút kín, để trong tủ lạnh.
- Dung dịch hấp thụ : Cân 0,5g thuốc thử bạc dietyldithiocacbammat hòa tan vào 100ml piridin. Thuốc thử đựng trong lọ màu nâu, nút kín.
- Dung dịch Asen chuẩn :
 - a/ Dung dịch gốc chứa 1mg As trong 1ml, chuẩn bị như sau : hòa tan 0,3300 g As_2O_3 TKPT trong bình định mức dung tích 250ml bằng 15ml dung dịch NaOH 1M, sau khi tan hết thêm 20ml dung dịch HCl 1M và thêm nước cất cho đến vạch.
 - b/ Dung dịch làm việc : chứa $10\mu g$ As/ml được chuẩn bị bằng cách lấy 5 ml dung dịch gốc pha loãng thành 500ml trong bình định mức. Dung dịch dùng trong ngày.
- Bông tẩm chì axetat để hấp thụ H_2S : pha dung dịch chì axetat 15% rồi tẩm ướt bông, sấy khô ở nhiệt độ phòng, cất vào lọ có nút kín.

1.4 Cách thực hiện

Đặt vào ống nối (2) của bộ cất AsH_3 4 - 5 hạt KOH, sau đó phủ đáy bông tẩm axetat chì, trong ống hấp thụ (4) lấy 10 ml dung dịch hấp thụ bạc dietyldithiocacamat trong piridin. Lấy vào 6 bình phản ứng của dụng cụ cất AsH_3 lần lượt các dung dịch sau đây : 0,0; 0,1; 0,2; 0,5 và 1,0 ml dung dịch chuẩn 10 μg As/ml, trong bình thứ 6 lấy 10ml dung dịch mẫu phân tích, thêm dung dịch H_2SO_4 1 : 10 cho đến thể tích 25 ml, thêm tiếp 15ml HCl đậm đặc 5ml KI, 0,5 ml dung dịch SnCl_2 . Lắc đều, để yên trong chỗ tối 10 phút. Sau đó thêm vào bình 5g kẽm hạt, đập nút thật nhanh và kín, lắp ống hấp thụ vào cuối ống dẫn mao quản, cho đầu mao quản gần sát xuống đáy. Tiếp tục quá trình cất AsH_3 60 phút. Nếu trời rét có thể đun nóng bình phản ứng lên khoảng 30 - 35°C.

Đo mật độ quang của dung dịch hấp thụ tại bước sóng 520 nm, dùng cuvet có bề dày 1 cm với dung dịch so sánh bạc dietyldithiocacamat trong piridin.

Từ các kết quả dựng đường chuẩn sự phụ thuộc giữa khối lượng As có trong dung dịch và mật độ quang, từ đó xác định khối lượng As trong mẫu phân tích.

Chú thích : nếu không có 6 bộ cất để cùng thực hiện cùng một lúc 6 thí nghiệm thì làm lần lượt khi đó các dung dịch được chuẩn bị ngay trước mỗi thí nghiệm.

1.5 Tính toán và xử lý kết quả :

Hàm lượng As trong mẫu (X) tính theo mg/kg được tính theo công thức sau :

$$X = \frac{m_1 \times 2,5}{m}$$

trong đó :

m_1 : khối lượng As trong mẫu phân tích bằng μg .

m : Khối lượng mẫu sữa đã cân khi vô cơ hóa, tính bằng gam (ví dụ : 25g)

Kết quả phân tích được chấp nhận khi thực hiện 3 phép phân tích song song trong cùng điều kiện cho sai lệch tương đối không vượt quá $\pm 20\%$.

2 Xác định As bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử

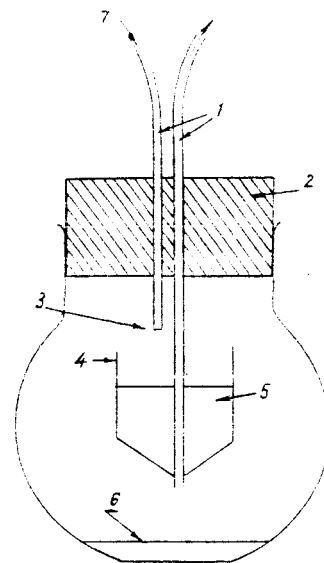
2.1 Nội dung phương pháp : Asen được cất ra dưới dạng AsH_3 nhờ chất khử NaBH_4 trong bình hidrua hóa, dẫn hơi AsH_3 vào buồng nguyên tử hóa nhờ một dòng khí nitơ và đo phổ hấp thụ bằng đèn catot rỗng As.

2.2 Máy móc, dụng cụ.

- Máy quang phổ hấp thụ nguyên tử (AAS) và các phụ kiện của nó, có đèn catốt rỗng As.
- Bình hidrua hóa (theo mẫu)

Bình hidrua hóa (bình này có sẵn trong phụ kiện của AAS) sau đây là một ví dụ trong số đó.

- 1- Ống polietylen (nối vào đầu vào của buồng đốt burner)
- 2- Nút cao su
- 3- Ống polietylen có lỗ nhỏ (tạo ra bằng đốt chảy)
- 4- Ngăn đựng thuốc thử.
- 5- Dung dịch NaBH_4
- 6- Dung dịch phân tích.
- 7- Ống dẫn nitơ từ đầu ra phụ của máy AAS.



Hình 2

2.3 Hoá chất

- Khí nitơ N_2 tinh khiết quang phổ
- Nước cất theo TCVN 2117 - 77 hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.
- Kali iodua KI TKPT, dung dịch 10%.
- Axit clohydric HCl TKPT, dung dịch 1 : 1
- Dung dịch chuẩn As (xem 1.3 dung dịch 10 μg As/ml).
- Natri bohidrua NaBH_4 TKPT, dung dịch 4% : hoà tan 4 g NaBH_4 trong 100ml dung dịch NaOH 4%.
- Magiê clorua MgCl_2 TKPT, dung dịch 1M : hoà tan 8,400 g MgCO_3 TKPT trong bình định mức dung tích 100ml bằng cách thêm từ từ dung dịch HCl 1 : 1 cho đến khi vừa tan hết, sau đó thêm nước cất cho đến vạch. (hoặc hòa tan 20,300 g muối $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ TKPT).

2.4 Cách thực hiện

2.4.1 Các thao tác với máy AAS có đèn catốt rỗng As theo chỉ dẫn sử dụng của hãng sản xuất.

2.4.2 Chuẩn bị dung dịch : lấy vào 6 bình phản ứng có dung tích cỡ 50 - 100 ml (bình hidrua hoá mục 2.2) lần lượt 2 ml dung dịch MgCl_2 0,1M; trong các bình từ 1 đến 5 lần lượt thêm bằng micropipet 0,0; 100; 200; 400 và 600 μl dung dịch chuẩn, trong bình thứ 6 thêm 10ml dung dịch mẫu phân tích, thêm 0,5 ml dung dịch KI 10% vào mỗi bình, lắc đều và để yên 2 - 3 phút. Nối bình hidrua hoá với máy AAS và điều chỉnh các thông số theo chỉ dẫn của nhà sản xuất máy.

Thêm 4ml dung dịch NaBH_4 4% vào ngăn đựng thuốc thử của bình hidrua hoá. đậy nút, thao tác nhẹ nhàng và nhanh tay, đồng thời mở van khí nitơ, lắc nhẹ, nghiêng bình phản ứng để trộn dung dịch thuốc thử và dung dịch chuẩn (cũng như dung dịch mẫu phân tích), chờ máy ghi tín hiệu đến khi bút trở về đường nền thì kết thúc. mở nút (2), tráng bình phản ứng và tiếp tục với các dung dịch mẫu khác (chuẩn và phân tích).

Từ các kết quả nhận được, lập đồ thị phụ thuộc khối lượng (μg) As trong dung dịch chuẩn và số chỉ của máy, từ đó suy ra khối lượng (As) trong mẫu phân tích.

Khi có nghi ngờ cần thực hiện với mẫu trắng.

TCVN 5780 - 1994

2.5 Tính toán và xử lý kết quả.

Hàm lượng As trong sữa (X) được tính theo mg/kg, theo công thức sau đây :

$$X = \frac{m_1 \times 2,5}{m}$$

trong đó :

m_1 - khối lượng As trong mẫu phân tích bằng μg .

m - Khối lượng sữa đã lấy để vô cơ hóa, g (ví dụ : 25g)

Kết quả phân tích được chấp nhận khi thực hiện 3 phép phân tích song song trong cùng điều kiện cho sai lệch tương đối không vượt quá $\pm 20\%$.

TỔNG CỤC TIÊU CHUẨN ĐO LƯỜNG CHẤT LƯỢNG

BẢN GỐC TCVN

KHÔNG SAO CHỤP ĐỂ PHÁT HÀNH