

ĐỒ HỘP		TCVN 1977 — 88
Xác định hàm lượng đồng bằng phương pháp trắc quang		
консервы спектрофотометричес- кий метод определения содержания меди	Canned foods Determination of copper content by photometric method	Có hiệu lực từ 1-1-1990

Tiêu chuẩn này thay thế TCVN 1977 — 77 và phù hợp với ST. SEV 5337 — 85

1. NỘI DUNG PHƯƠNG PHÁP

— Dùng natri dietyl dithio cacbamat tạo phức màu vàng với đồng. Chiết phức này bằng tetraclorua cacbon hay clorofoc rồi đo mật độ quang của dung dịch chiết.

2. QUY ĐỊNH CHUNG

Theo TCVN 1976 — 88

3. THIẾT BỊ DỤNG CỤ

Máy trắc quang;

Phễu chiết chia độ 250 ml;

Bình định mức 100, 500, và 1000 ml;

Ống hút 1, 2, 5, 10 và 20 ml;

4. THUỐC THỬ VÀ DUNG DỊCH

Amoni hidroxit $d = 0,19$:

Natri hidroxit, dung dịch 0,4%:

Axit xitric và complexon III hỗn hợp, chuẩn bị như sau; hòa tan 20g axit xitric vào 20 — 30ml nước, thêm dung dịch amoni hidroxit đặc để có $pH = 7$, thêm 5g complexon III và thêm nước đến 100ml.

Hỗn hợp thuốc thử này có thể chuẩn bị từ amoni xitrat và complexon III như sau: hòa tan 20g amoni xitrat vào 20 — 30ml nước, thêm 5g complexon III và thêm nước đến 100ml.

Để làm sạch thuốc thử, chuyển dung dịch vào phễu chiết chia độ, dung tích 250ml, thêm 0,1ml dung dịch natri dietyl dithiocacamat và 10ml dung môi (tetraclorea cacbon hay clorofoc). Lắc mạnh phễu chiết khoảng 1 phút, để yên cho phân lớp, tháo lớp dưới bỏ đi. Lại cho vào phễu chiết 10ml dung môi, lắc khoảng 1 phút và sau khi phân lớp thì tháo lớp dưới ra bỏ đi. Lặp lại thao tác này cho đến khi lớp dung môi không có màu nữa.

Natri dietyl dithiocacamat ($C_5H_{11}Na_2 \cdot 3H_2O$) dung dịch 1% chuẩn bị như sau: hòa tan 1g muối này trong nước và thêm nước đến 100 ml. lọc. Muốn hòa tan nhanh thì đun nóng trên bếp cách thủy ở nhiệt độ 30 — 40°C.

Bảo quản dung dịch trong tủ lạnh không quá 7 ngày.

Phenol đỏ, dung dịch 0,1%.

Tetraclorea cacbon hoặc clorofoc ($CHCl_3$).

Axit sunfuric đặc, $d = 1,84$ và dung dịch 1M.

Đồng sunfat ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) dung dịch gốc chứa 100 μg đồng trong 1ml dung dịch, chuẩn bị như sau: hòa tan 0,1965g đồng sunfat trong 100 ml nước, thêm 2 — 3 giọt axit sunfuric đặc chuyển hết vào bình định mức 500ml và thêm nước đến vạch mức.

Đồng sunfat, dung dịch loãng, chứa 10 μg đồng trong 1ml chuẩn bị bằng cách lấy 10 ml dung dịch gốc cho vào bình định mức 100 ml thêm nước đến vạch mức. Chuẩn bị dung dịch này dùng cho từng ngày.

5. CHUẨN BỊ THỬ

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

5.2. Xây dựng đồ thị chuẩn

Lấy 6 phễu chiết chia độ, dùng ống hút cho vào các phễu lần lượt 0,5; 1; 2; 3; 4; 5 ml đồng sunfat dung dịch loãng và thêm dung dịch axit sunfuric IM đến 20 ml. Thêm vào mỗi phễu 10 ml dung dịch hỗn hợp axit xitric và complexon III (xem điều 4), 2 giọt chỉ thị phenol đỏ.

Lắc đều dung dịch, trung hòa bằng cách thêm từng giọt dung dịch amoni hidroxit cho đến khi có màu đỏ ($\text{pH} = 8 - 10$) làm nguội, thỉnh thoảng hé mở nút phễu. Sau đó cho vào mỗi phễu 1 ml dung dịch natri dietyl dithiocacbammat và 10 ml tetra clorua cacbon hay clorofoc. Lắc mạnh phễu trong 5 phút và để yên cho phân lớp. Sau đó dùng giấy lọc lau khô mặt trong cuống phễu rồi tháo cho lớp dung dịch hữu cơ chảy vào ống nghiệm. Để yên ống nghiệm trong bóng tối (hoặc bọc ống nghiệm bằng giấy nhôm hay giấy thiếc) vài phút cho các giọt nước tách ra, nếu cần thì lọc qua giấy lọc sang ống nghiệm khác để tách hết vết nước còn lại.

Đo mật độ quang của dung dịch

Khi chiết với tetra clorua cacbon, đo ở $\lambda_{\text{max}} = 436 \text{ nm}$ dùng tetracolorua cacbon làm dung dịch so sánh. Khi chiết với clorofoc, đo ở $\lambda_{\text{max}} = 440 \text{ nm}$, dùng clorofoc làm dung dịch so sánh.

Tiến hành làm thí nghiệm kiểm tra với các lượng thuốc thử và điều kiện như trên, nhưng dung dịch không có đồng.

Lấy mật độ quang đo được ở trên trừ mật độ quang ở thí nghiệm kiểm tra rồi vẽ đồ thị chuẩn.

6. TIẾN HÀNH THỬ

Tùy theo lượng đồng dự kiến có trong mẫu, lấy toàn bộ dung dịch sau khi vô cơ hóa, hoặc lấy 1 phần dung dịch chứa từ 5 - 10 μg đồng, cho vào phễu chiết. Thêm nước đến 20 ml. Tiến hành tiếp như ở điều 5.2. Tiến hành thí nghiệm kiểm tra qua tất cả các giai đoạn và dùng cùng lượng thuốc thử như khi phân tích mẫu nhưng không có đồng

Lấy mật độ quang của dung dịch phân tích trừ mật độ quang của dung dịch kiểm tra rồi theo đồ thị chuẩn tìm lượng đồng trong dung dịch phân tích.

7. TÍNH KẾT QUẢ

7.1. Hàm lượng đồng (X) tính bằng mg/kg theo công thức :

$$X = \frac{m \cdot V_1}{m_1 \cdot V_2},$$

trong đó :

m - lượng đồng trong dung dịch phân tích, tìm được theo đồ thị chuẩn, μg ;

m_1 - lượng cân mẫu, g;

V_1 - thể tích dung dịch sau khi vô cơ hóa, ml;

V_2 - thể tích dung dịch lấy để phân tích, ml.

7.2. Nếu mẫu là chất lỏng và thể tích mẫu đã lấy là V_0 (ml), thì hàm lượng đồng (X) tính bằng mg/l mẫu theo công thức trên nhưng thay m_1 bằng V_0 .

7.3. Kết quả là trung bình cộng kết quả hai lần xác định song song.

Lượng đồng trong dịch cần phân tích nằm trong khoảng 5 - 10 μg , hai kết quả này không được chênh nhau quá 10% kết quả trung bình.