

ĐỒ HỘP

**Xác định hàm lượng chì bằng phương pháp
trắc quang**

**TCVN
1978-88**

Консервы
Опектрофотометриче
скийметод определения
содержания свинца

Canned foods.
Determination of lead
content by photometric
method

**Có hiệu lực
từ 1-1-1990**

Tiêu chuẩn này thay thế TCVN 1978-77 và phù hợp với ST
SEV 5338-85

I. NỘI DUNG PHƯƠNG PHÁP

Loại trừ kẽm và một số nguyên tố cản trở bằng kali xianua dùng thuốc thử Dithizon tạo phức màu đỏ với chì và chiết bằng tetraclorua cacbon 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 đuôi ngắn, 250ml;

Bình định mức 100, 500, 1000 ml;

Ống hút 5, 10, 20, 50ml;

Ống hút 5 và 10ml khắc vạch 0,1 ml;

Ống dung 100 ml;

Ống nghiệm nút mài, chia độ, dung tích 15ml.

4. THUỐC THỬ VÀ DUNG DỊCH

Natri metabisunfit ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$), dung dịch 1,25% ;

Axit nitric, $d=1,14\text{g/ml}$;

Axit sunfuric, $d = 1,84$ g/ml và dung dịch (1+4);

Axit clohidric, $d = 1,19$ g/ml và dung dịch (1+3);

Axit xitric ($C_6H_8O_7$, H_2O), dung dịch 20 %;

Hydroxylamin clohidrat ($NH_2OH \cdot HCl$) dung dịch 20 %;

Kali xianua (KCN), dung dịch 10 %;

Amoni hidroxit, $d = 0,91$ g/ml và dung dịch (1+1); (1+50)

Natri hidroxit, dung dịch 0,4 %;

Timol xanh, dung dịch 1% : hòa tan 0,1g timon xanh trong 1,5ml dung dịch natri hidroxit 0,4 % và thêm nước đến 10ml;

Tetraclorua cacbon (CCl_4);

— Dithizon ($C_{13}H_{12}N_4S$) dung dịch đặc (0,2g/l hay 0,02 %): hòa tan 0,2g dithizon trong 1000ml tetraclorua cacbon.

Đựng dung dịch trong bình màu sẫm nút mài, để trong tủ lạnh.

— Dithizon, dung dịch loãng (0,02 g/l hay 0,002%) pha loãng từ dung dịch đặc bằng tetraclorua cacbon. Chuẩn bị dung dịch này dùng từng ngày.

Nếu thấy dung dịch dithizon đã pha loãng có màu vàng thì phải tinh chế lại. Muốn vậy, lấy 20ml dung dịch dithizon đặc cho vào phễu chia độ, thêm 40ml dung dịch amoni hidroxit (1+50)—Lắc. Tách lớp nước ra, lọc qua giấy lọc. Trung hòa nước lọc bằng dung dịch HCl (1+3), sau đó cho vào phễu chiết, thêm 40ml tetra cacbon vào phễu chiết và lắc. Góp chung dung dịch dithizon lại và xác định nồng độ dithizon. Muốn vậy đo mật độ quang của dithizon ở $\lambda_{max} = 620nm$, dùng cuvet 10mm, dung dịch so sánh là tetraclorua cacbon.

— Lấy giá trị của mật độ quang chia cho hệ số tắt phân tử $32,8 \cdot 10^3$, tìm được nồng độ dithizon, sau đó dùng tetraclorua cacbon pha loãng sao cho được dung dịch dithizon nồng độ 0,002% (0,02 g/l).

Chỉ khi nào tinh chế mới cần xác định lại nồng độ dithizon

Chỉ nitrat, dung dịch gốc 100mg/ml, chuẩn bị như sau: hòa tan 0,16g chỉ nitrat (đã sấy khô ở $105^\circ C$) vào hỗn hợp gồm 10ml axit nitric và 500ml nước, chuyển hết dung dịch vào bình định mức 1l rồi thêm nước đến vạch mức,

Chì nitrat, dung dịch loãng 1 mg/ml.

Lấy 5ml dung dịch gốc cho vào bình định mức 500ml, thêm nước đến vạch mức. Chuẩn bị dung dịch này dùng cho từng ngày.

5. CHUẨN BỊ THỬ

5.1. cân khoảng 30g hoặc dùng ống hút lấy 30ml mẫu.

Vô cơ hóa mẫu theo phương pháp urot trong TCVN 4622-88

5.2. Xây dựng đồ thị chuẩn

Lấy 5 phễu chiết chia độ, dùng ống hút cho vào đó 1; 2; 4; 8; 10ml dung dịch chì nitrat pha loãng, thêm dung dịch axit sunfuric (1+4) đến 30ml. Sau khi làm nguội thêm vào mỗi phễu 2,0 ml dung dịch natri metabisunfit, 5 ml dung dịch axit xitric, 1ml dung dịch hidroxylamin clohidrat và vài giọt dung dịch timon xanh. Lắc đều dung dịch, trung hòa bằng 15ml dung dịch amoni hidroxit đặc sau đó thêm từng giọt dung dịch amoni hidroxit (1+1) cho đến khi có màu xanh lơ (PH=9-10), làm nguội, thỉnh thoảng hé mở nút phễu. Sau khi dung dịch đã nguội hẳn thêm 2ml dung dịch kali xianua, lắc đều. Sau đó cho vào phễu 0,5-1ml dung dịch dithizon loãng, lắc cẩn thận.

Tháo dung dịch chiết màu đỏ sang ống nghiệm chia độ có nút mài, đậy nút, tránh ánh sáng lọt vào, tốt nhất là bọc ống nghiệm bằng giấy nhôm hay giấy thiếc. Lặp lại quá trình chiết cho đến khi thêm lượng dithizon mới vào dung dịch vẫn còn màu xanh. Góp chung các phần dung dịch chiết, cho luôn phần dung dịch dithizon có màu xanh vào, sau đó thêm tetraclorua cacbon vào ống nghiệm đến 10ml.

Đo mật độ quang của dung dịch chuẩn ở bước sóng $\lambda_{\max} = 525\text{nm}$ dung dịch so sánh là tetraclorua cacbon.

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

Lấy mật độ quang đo được ở trên trừ mật độ quang ở thí nghiệm kiểm tra rồi vẽ đồ thị chuẩn, ở trục hoành đặt lượng chì (μg) có trong dung dịch chuẩn, ở trục tung đặt các giá trị mật độ quang tương ứng.

6. TIẾN HÀNH THỬ

Tùy theo lượng chì dự kiến có trong mẫu, lấy toàn bộ dung dịch sau khi vô cơ hóa hoặc một phần dung dịch chứa từ 2–10 μ g chì cho vào phễu chiết chia độ. Thêm vào mỗi phễu 30ml nước. Tiến hành tiếp như ở điều 5.2. Tiến hành thí nghiệm kiểm tra qua tất cả các giai đoạn phân tích với lượng thuốc thử và các điều kiện như trên nhưng dung dịch không có chì.

Lấy mật độ quang của dung dịch phân tích trừ mật độ quang của dung dịch kiểm tra rồi từ giá trị mật độ quang tìm được, theo đồ thị chuẩn tìm hàm lượng chì trong dung dịch phân tích.

7. TÍNH KẾT QUẢ

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

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

trong đó : m—lượng chì trong dung dịch phân tích, tìm được theo đồ thị chuẩn, μ g

m_1 — lượng cân mẫu, g ;

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

V_2 — Thể tích phần 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 chì (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 của kết quả hai lần xác định song song. Khi lượng chì trong dung dịch phân tích nằm trong khoảng 2–10 μ g. các kết quả này không được chênh lệch nhau quá 10% kết quả trung bình.