

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 11291:2016

**THỨC ĂN CHĂN NUÔI -
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG ASEN TỔNG SỐ -
PHƯƠNG PHÁP ĐO MÀU**

*Animal feeding stuffs -
Determination of total arsenic content - Colorimetric method*

HÀ NỘI - 2016

Lời nói đầu

TCVN 11291:2016 được xây dựng trên cơ sở tham khảo AOAC 957.22
Arsenic (total) in feeds. Colorimetric Method;

TCVN 11291:2016 do Viện Chăn nuôi biên soạn, Bộ Nông nghiệp và
Phát triển nông thôn đề nghị, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng
thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Thức ăn chăn nuôi - Xác định hàm lượng arsen tổng số - Phương pháp đo màu

*Animal feeding stuffs - Determination of total arsenic content -
Colorimetric method*

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp đo màu để xác định hàm lượng arsen tổng số trong thức ăn chăn nuôi.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi, bổ sung (nếu có).

TCVN 6952 (ISO 9498), *Thức ăn chăn nuôi – Chuẩn bị mẫu thử*.

3 Nguyên tắc

Nung mẫu ở nhiệt độ từ 550 °C đến 600 °C, hòa tan tro bằng dung dịch axit clohydric (4.4), khử hợp chất arsen thành asin, hấp thu asin bằng muối thủy ngân để tạo hợp chất thủy ngân asenua. Cho thủy ngân asenua hiện màu với thuốc thử amoni molybdat và hydrazin sulfat. Đo màu ở bước sóng thích hợp trong dải từ 750 nm đến 840 nm.

4 Thuốc thử và vật liệu thử

Chỉ sử dụng các thuốc thử tinh khiết phân tích và nước cất hoặc nước đã loại ion, trừ khi có quy định khác.

4.1 Dung dịch chì axetat $[Pb(CH_3COO)_2]$ bão hòa.

TCVN 11291:2016

4.2 Hồ nhão của magie oxit-magie nitrat

Cân 75 g magie oxit (MgO) và 105 g magie nitrat ngâm 6 phần tử nước $[Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O]$, chính xác đến 1 mg, cho vào bình định mức 1 lít, thêm nước đến vạch và trộn.

Khuấy mạnh trước khi cho vào phần mẫu thử.

4.3 Axit clohydric (HCl) đặc, nồng độ từ 36,5 % đến 38,0 % (khối lượng/thể tích).

4.4 Dung dịch axit clohydric loãng

Pha loãng axit clohydric đặc (4.3) trong nước với tỉ lệ thể tích 1 : 1.

4.5 Asen trioxit (As_2O_3).

4.6 Dung dịch natri hydroxit (NaOH), 10 % (khối lượng/thể tích).

4.7 Dung dịch kali iodua (KI), 15 %.

Bảo quản dung dịch trong tối, thải bỏ nếu dung dịch chuyển sang màu vàng.

4.8 Dung dịch thiếc (II) clorua ($SnCl_2$)

Cân 40 g thiếc (II) clorua ngâm hai phần tử nước không chứa asen, chính xác đến 1 mg, cho vào bình định mức 100 ml. Hòa tan trong axit clohydric đặc (4.3) và thêm dung dịch này đến vạch.

Không sử dụng nếu dung dịch đã pha chuyển màu vàng trong dịch chiết mẫu.

4.9 Dung dịch hấp thụ

Dùng ống đong chia vạch chuyển 25 ml dung dịch thủy ngân clorua ($HgCl_2$) 1,5 % và dùng pipet chuyển 3,75 ml dung dịch axit sulfuric 3 M, 3,75 ml dung dịch kali permanganat ($KMnO_4$) 0,006 M vào bình định mức 250 ml. Thêm nước đến vạch 250 ml và trộn. Chuẩn bị dung dịch này trong ngày sử dụng.

4.10 Thuốc thử amoni molybdat

Cân 1 g amoni molybdat $[(NH_4)_2MoO_4]$, chính xác đến 0,1 mg, cho vào bình định mức 100 ml. Hòa tan bằng dung dịch axit sulfuric (H_2SO_4) 2,7 M và thêm dung dịch đến vạch.

Dung dịch đã chuẩn bị có thể bền được vài tuần.

Chuẩn bị dung dịch axit sulfuric 2,7 M bằng cách pha loãng dung dịch axit sulfuric 3 M trong nước theo tỉ lệ thể tích 9 : 1.

4.11 Thuốc thử hydrazin sulfat, 0,15 %

Cân 0,15 g hydrazin sulfat ($N_2H_4 \cdot H_2SO_4$), chính xác đến 0,1 mg, cho vào bình định mức 100 ml. Hòa tan bằng nước và thêm nước đến vạch. Dung dịch này có thể bền được vài tuần.

5 Thiết bị, dụng cụ

CHÚ Ý: Không rửa các thiết bị, dụng cụ thủy tinh bằng chất tẩy rửa, vì chúng có thể gây nhiễu cho việc hiện màu.

Sử dụng các thiết bị, dụng cụ thông thường của phòng thử nghiệm và cụ thể như sau:

5.1 Cân phân tích, có thể cân chính xác đến 0,1 mg.

5.2 Cân phân tích, có thể cân chính xác đến 1 mg.

5.3 Bình định mức, dung tích 50 ml, 100 ml, 250 ml, 1000 ml.

5.4 Ống ly tâm, được đánh dấu ở 50 ml.

5.5 Bình nón, dung tích 125 ml và 150 ml.

5.6 Pipet.

5.7 Chén nung, dung tích 70 ml.

5.8 Lò nung, có thể duy trì ở 550 °C đến 600 °C

5.9 Que khuấy thủy tinh.

5.10 Giấy lọc Whatman, số 30.

5.11 Nồi cách thủy đun sôi.

5.12 Thiết bị giải phóng asin

Tại một đầu ống nghiệm thủy tinh đường kính trong 6 mm, uốn một đoạn 10 cm với góc 120° và tại đầu còn lại uốn một đoạn 15 cm với góc 60°. Chèn bông thủy tinh đã tẩm chỉ axetat bão hòa (4.1) vào đầu ống ngắn và cắm vào nút cao su đặt ở miệng bình nón 125 ml sao cho đoạn cuối của ống thò ra khỏi nút. Chèn đầu ống còn lại bằng bông thủy tinh không tẩm chỉ axetat và dùng ống cao su nối với thủy tinh khác có phần cuối được thu hẹp, sao cho chạm tới đáy của bình định mức cổ rộng dung tích 50 ml, tốt nhất là ống ly tâm 50 ml, đánh dấu chính xác 50 ml và ở xấp xỉ 20 ml.

5.13 Máy đo màu, đo ở bước sóng từ 750 nm đến 840 nm.

TCVN 11291:2016

6 Lấy mẫu

Mẫu gửi đến phòng thử nghiệm phải đúng là mẫu đại diện. Mẫu không bị hư hỏng hoặc thay đổi trong suốt quá trình vận chuyển hoặc bảo quản.

Việc lấy mẫu không quy định trong tiêu chuẩn này, nên lấy mẫu theo TCVN 4325 (ISO 6497) *Thức ăn chăn nuôi – Lấy mẫu*.

7 Chuẩn bị mẫu thử

Chuẩn bị mẫu thử theo TCVN 6952 (ISO 9498).

8 Cách tiến hành

8.1 Chuẩn bị dung dịch thử

Cân phần mẫu thử đã nghiền có chứa lượng asen không lớn hơn 50 μg (trừ khi lấy mẫu từ dung dịch đã phân hủy), chính xác đến 1 mg, cho vào chén nung 70 ml (5.7). Thêm khoảng 10 ml hồ nhão đã trộn đều (4.2) và một lượng nước vừa đủ để trộn được kỹ bằng que khuấy (5.9). Nếu sử dụng phần mẫu thử lớn hơn 2,5 g thì tăng lượng hồ nhão của magie oxit-magie nitrat (4.2) và sử dụng chén nung có kích thước lớn hơn. Tráng rửa que khuấy, sấy khô mẫu ở 100 °C. Nung từ 2 h đến 4 h ở nhiệt độ từ 550 °C đến 600 °C trong lò nung (5.8). Chú ý không để thất thoát tro.

Để nguội rồi làm ẩm tro bằng nước. Thêm khoảng 15 ml dung dịch axit clohydric (4.4) và đậy chén nung bằng mặt kính đồng hồ. Để yên qua đêm hoặc để trong nồi cách thủy (5.11), thỉnh thoảng lắc đến khi tro hòa tan hoàn toàn. Lọc qua giấy lọc Whatman số 30 (5.10) cho vào bình nón 125 ml (5.5). Tráng rửa giấy lọc nhiều lần bằng một lượng nước nóng vừa đủ để thu được phần dịch lọc khoảng 60 ml.

8.2 Dụng cụ chuẩn

Cân 0,660 g asen trioxit (4.5), chính xác đến 0,1 mg, cho vào bình định mức 1 lít. Hòa tan trong 25 ml dung dịch natri hydroxit 10 % (4.6), thêm nước đến vạch.

Pha loãng 10 ml dung dịch trên bằng nước đến 1 lít (1 ml dung dịch này chứa 5 μg As). Chuyển các lượng 0 ml, 2 ml, 4 ml, 6 ml, 8 ml, 10 ml, 12 ml và 14 ml dung dịch đã pha loãng vào các bình nón 125 ml (5.5). Thêm vào mỗi bình khoảng 60 ml nước và tiến hành theo 8.3. Dụng cụ chuẩn của độ hấp thụ theo số microgam asen.

8.3 Giải phóng asen

Bổ sung khoảng 10 ml axit clohydric (4.3), 2 ml dung dịch kali iodua (4.7) và 0,5 ml dung dịch thiếc (II) clorua (4.8) vào dung dịch thử đựng trong bình nón (xem 8.2). Xoay bình, gia nhiệt trong nồi cách thủy (5.11) khoảng 5 min và làm nguội.

Chuẩn bị thiết bị giải phóng asen (5.12), dùng khoảng 20 ml dung dịch hấp thụ (4.9) trong bình định mức 50 ml (5.3) hoặc ống ly tâm đánh dấu vạch 50 ml. Thêm khoảng 5 g đến 6 g kẽm cỡ hạt 30 mesh vào dung dịch đã phân hủy, đẩy nhanh nút có ống thủy tinh vào bình nón và đặt ống phân phối vào đáy bình định mức hoặc ống ly tâm sao cho có ít bọt khí nhất. Dùng vài giọt nước để kiểm tra độ kín của nút và bình nón. Ống nối thủy tinh phải đủ lớn sao cho bọt khí không mang sang các hợp chất chì từ nút bông thủy tinh đã tẩm vào bình hấp thụ.

8.4 Phát triển màu và đo màu

Sau khoảng 30 min, tháo ống cao su, để ống phân phối trong bình thu nhận sao cho tất cả thủy ngân asenua đều tiếp xúc được với thuốc thử hiện màu. Thêm 1,0 ml thuốc thử amoni molybdat (4.10), trộn kỹ bằng không khí thổi qua ống phân phối. Thêm 1,0 ml thuốc thử hydrazin sulfat (4.11) và trộn lại. Làm nóng dung dịch trên nồi cách thủy (5.11) khoảng 20 min. Tráng ống phân phối bằng nước và rút ống ra. Làm nguội dung dịch đến nhiệt độ phòng, pha loãng đến 50 ml và trộn. Lọc dung dịch qua nút bông thủy tinh để trên phễu hoặc cho ly tâm.

CHÚ Ý: Không dùng giấy lọc vì màu sẽ bị hấp thụ.

Đọc giá trị độ hấp thụ của dịch chiết mẫu so với nước ở bước sóng thích hợp trong dải từ 750 nm đến 840 nm.

9. Tính kết quả

Hàm lượng asen có trong phần mẫu thử, X_0 , tính bằng miligam trên kilogam (mg/kg), theo công thức sau:

$$X_0 = \frac{C}{w}$$

Trong đó:

C là lượng asen có trong phần mẫu thử, tính bằng microgam (μg), xác định được từ đường chuẩn (xem 8.2);

w là khối lượng phần mẫu thử, tính bằng gam (g).

Hàm lượng chất hóa được có chứa asen có trong phần mẫu thử, X , tính bằng miligam trên kilogam (mg/kg), theo công thức sau:

$$X = X_0 \times F$$

TCVN 11291:2016

Trong đó: F là hệ số chuyển đổi từ asen về chất hóa dược chứa asen (bằng tỉ lệ giữa khối lượng phân tử chất hóa dược so với khối lượng nguyên tử asen):

Với axit arsanilic,	$F = 2,90$
Với arsenosobenzen,	$F = 2,24$
Với axit 3-nitro-4-hydroxyphenylarsonic,	$F = 3,51$
Với axit 4-nitrophenylarsonic,	$F = 3,30$
Với axit <i>p</i> -ureidobenzeneearsonic,	$F = 3,47$.

10 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ:

- mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu thử;
 - phương pháp lấy mẫu đã sử dụng, nếu biết;
 - phương pháp thử đã dùng, viện dẫn tiêu chuẩn này;
 - tất cả các chi tiết thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này, hoặc tùy chọn cùng với các chi tiết bất thường nào khác có thể ảnh hưởng đến kết quả;
 - kết quả thử nghiệm thu được.
-