

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 10661:2014**

Xuất bản lần 1

**MUỐI (NATRI CLORUA) – XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG  
CHÌ TỔNG SỐ – PHƯƠNG PHÁP ĐO PHỔ  
HẤP THỤ NGUYÊN TỬ NGỌN LỬA**

*Sodium chloride – Determination of total lead content –  
Flame atomic absorption spectrometric method*

**HÀ NỘI - 2014**

## Lời nói đầu

TCVN 10661:2014 được xây dựng dựa trên cơ sở tài liệu của Hiệp hội muối Châu Âu EuSalt/ AS 013-2005 *Determination of total lead. Flame atomic absorption spectrometric method*;

TCVN 10661:2014 do Cục Chế biến Nông lâm thủy sản và nghề muối 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.

## Muối (natri clorua) - Xác định hàm lượng chì tổng số - Phương pháp đo phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa

*Sodium chloride – Determination of total lead content –  
Flame atomic absorption spectrometric method*

### 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp đo phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa để xác định hàm lượng chì tổng số trong muối (natri clorua).

Phương pháp này có thể áp dụng cho các sản phẩm muối (natri clorua) chứa hàm lượng chì bằng hoặc lớn hơn 0,5 mg/kg.

CHÚ THÍCH: Giới hạn dưới của phép xác định chỉ có thể đạt được nếu thực hiện quy trình trong các điều kiện tối ưu sau đây:

- người thực hiện phải thành thạo với phương pháp này;
- dụng cụ thủy tinh được dùng phải sạch;
- cài đặt thiết bị tối ưu;
- thuốc thử tinh khiết.

### 2 Nguyên tắc

Hòa tan mẫu thử trong axit nitric để vô cơ hóa hoàn toàn chì.

Tạo phức kim loại bằng amoni pyrolidindithiocarbamat. Chiết carbamat kim loại trong clorofom và giải chiết bằng axit nitric.

Phun sương dung dịch axit nitric vào ngọn lửa không khí-axetylen và đo độ hấp thụ ở bước sóng 283,3 nm.

Xác định hàm lượng chì bằng phương pháp thêm chuẩn.

### 3 Thuốc thử

Chỉ sử dụng các thuốc thử loại tinh khiết phân tích có chứa lượng chì thấp nhất có thể và sử dụng nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương, trừ khi có quy định khác.

3.1 Axit nitric,  $c \approx 1,40$  g/ml, 65 % khối lượng.

3.2 Clorofom,  $c \approx 1,48$  g/ml.

Lưu ý: Việc sử dụng clorofom phải theo đúng quy định vì đây là chất gây suy yếu tầng ozon.

3.3 APDC (amoni pyroliđindithiocarbamat), dung dịch 20 g/l, thuốc thử đặc biệt dùng cho phép đo phổ hấp thụ nguyên tử (AAS).

Chuẩn bị dung dịch này ngay trước khi sử dụng.

CHÚ THÍCH: APDC dạng rắn có thể phân hủy làm mất nhóm amoni. Sản phẩm phân hủy nổi vàng trên bề mặt dung dịch nước có thể dễ dàng tách bằng cách lọc.

3.4 Chì nitrat.

3.5 Dung dịch amoniac,  $c \approx 0,9$  g/ml.

3.6 Dung dịch đệm

Hòa tan 113 g diamoni hydro xitrat  $[(\text{NH}_4)_2\text{HC}_8\text{H}_5\text{O}_7]$  trong khoảng 500 ml nước và chuyển dung dịch này sang phễu chiết dung tích 1 000 ml (4.8).

Tinh sạch dung dịch này như sau:

Lắc với 50 ml dung dịch APDC (3.3) và chiết ba lần mỗi lần tương ứng với 50 ml, 25 ml và 25 ml clorofom (3.2). Gộp ba dịch chiết hữu cơ và giải chiết hỗn hợp này bằng 5 ml axit nitric (3.1) sau khi thêm 45 ml nước.

Lặp lại quy trình chiết này cho đến khi độ hấp thụ của dịch chiết trong axit nitric đo được ở bước sóng 283,3 nm thấp hơn 10 lần độ hấp thụ của dịch chiết được từ 20 ml clorofom với 1 ml axit nitric và 9 ml nước.

Chuyển dung dịch đã tinh sạch vào bình định mức một vạch dung tích 1 000 ml (4.7) và thêm 100 ml dung dịch amoniac (3.5). Thêm nước đến vạch và trộn.

**3.7 Dung dịch chuẩn gốc chì I,  $C_{(Pb)} \approx 1\ 000\ \text{mg/l}$** 

Sử dụng dung dịch chuẩn có bán sẵn trên thị trường hoặc dung dịch chuẩn được chuẩn bị như sau:

Hòa tan 1,598 g chì nitrat  $[Pb(NO_3)_2]$  (3.4) trong 10 ml axit nitric (3.1). Chuyển định lượng sang bình định mức một vạch dung tích 1 000 ml (4.7). Thêm nước đến vạch và trộn.

**3.8 Dung dịch chuẩn gốc chì II,  $C_{(Pb)} = 10\ \text{mg/l}$** 

Chuyển 10,0 ml dung dịch chuẩn gốc chì I (3.7) và 1 ml axit nitric (3.1) vào bình định mức một vạch dung tích 1 000 ml (4.7). Thêm nước đến vạch và trộn.

**4 Thiết bị, dụng cụ**

Sử dụng các thiết bị, dụng cụ thông thường của phòng thử nghiệm.

Tất cả dụng cụ bằng thủy tinh mới dùng để xác định chì cần được làm sạch và tráng rửa kỹ bằng nước sau mỗi lần thao tác như sau:

- dùng bàn chải và chất tẩy rửa nếu thành bình có mỡ bám.
- dùng axit nitric loãng,  $C_{(HNO_3)} = 7\ \text{mol/l}$ .

**4.1 Máy đo phổ hấp thụ nguyên tử, được trang bị đầu đốt dùng hỗn hợp không khí-axetylen.**

CHÚ THÍCH: Để giảm các chất gây nhiễu không hấp thụ nguyên tử, nên sử dụng các thiết bị có hiệu chỉnh đường nền.

**4.2 Đèn catod rỗng chì.****4.3 Cốc có mỏ, dung tích 2 000 ml.****4.4 Cân, chính xác đến 0,01 g.****4.5 Máy lắc cơ học.****4.6 Bếp điện.****4.7 Bình định mức một vạch, dung tích 50 ml và 1 000 ml.****4.8 Phễu chiết, dung tích 100 ml và 500 ml, 1 000 ml.****4.9 Ống nghiệm.****4.10 Viên bi thủy tinh.****4.11 Pipet, có độ chính xác 0,01 ml.**

## 5 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu thử

Tiêu chuẩn này không quy định việc lấy mẫu. Điều quan trọng là mẫu gửi đến phòng thử nghiệm phải đúng là mẫu đại diện và không bị hư hỏng hoặc suy giảm chất lượng trong quá trình bảo quản và vận chuyển.

**Lưu ý:** Đảm bảo rằng không nhiễm vết chỉ trong quá trình lấy mẫu.

Lấy khoảng 500 g mẫu thử để phân tích.

## 6 Cách tiến hành

**Lưu ý:** Đảm bảo rằng không nhiễm vết chỉ trong quá trình phân tích.

### 6.1 Phần mẫu thử

Dùng cân (4.4) cân khoảng 250 g mẫu thử (5.2), chính xác đến 0,01 g.

### 6.2 Dung dịch mẫu thử

Chuyển phần mẫu thử (6.1) vào cốc có mỏ dung tích 2 000 ml (4.3) chứa 850 ml nước và 10,0 ml axit nitric (3.1). Khuấy để hòa tan.

Thêm vài viên bi thủy tinh (4.10), đun trên bếp điện (4.6) và giữ sôi trong 30 min. Đảm bảo để tổng thể tích không giảm xuống dưới 800 ml và thêm nước, nếu cần.

Để nguội rồi chuyển định lượng sang bình định mức một vạch dung tích 1 000 ml (4.7). Thêm nước đến vạch và trộn.

### 6.3 Dung dịch mẫu trắng

Dung dịch mẫu trắng này chứa 10,0 ml axit nitric (3.1) trong một lít.

### 6.4 Dung dịch hiệu chuẩn (dùng cho dung dịch mẫu trắng)

Dùng pipet (4.11) chuyển vào một dãy bốn bình định mức dung tích 50 ml (4.7), mỗi bình 0,5 ml axit nitric (3.1) và các thể tích dung dịch chuẩn gốc chì II (3.8) như trong Bảng 1. Thêm nước đến vạch và trộn.

**Bảng 1 – Chuẩn bị các dung dịch hiệu chuẩn**

Dung dịch hiệu chuẩn số	Dung dịch chuẩn gốc chì II (3.8) ml	Hàm lượng chì tương ứng µg
1 <sup>(1)</sup>	0	0
2	0,5	5,0
3	1,0	10,0
4	2,0	20,0
<sup>(1)</sup> Dung dịch hiệu chuẩn zero.		

### 6.5 Dung dịch hiệu chuẩn (dùng cho mẫu thử)

Dùng pipet (4.11) chuyển vào một dãy bốn phễu chiết dung tích 500 ml (4.8), mỗi phễu chiết 200 ml dung dịch mẫu thử (6.2) và các thể tích dung dịch chuẩn gốc chì II (3.8) như trong Bảng 1 (xem 6.4). Thêm nước đến vạch và trộn.

Dung dịch số 1 là dung dịch mẫu thử không thêm chuẩn.

**CHÚ THÍCH:** Có thể xác định đồng thời chì và cadimi trong cùng một mẫu thử. Trong trường hợp này, chuẩn bị dung dịch hiệu chuẩn chì theo Bảng 1 và chuẩn bị dung dịch hiệu chuẩn cadimi theo TCVN 10662:2014 *Muối (natri clorua) – Xác định hàm lượng cadimi tổng số – Phương pháp đo phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa.*

### 6.6 Xác định

#### 6.6.1 Tạo phức và chiết

Chuyển 200 ml dung dịch mẫu trắng (6.3) vào phễu chiết dung tích 500 ml (4.8).

Tiến hành với phễu chiết này và bốn dung dịch đã chuẩn bị trong 6.5 như sau:

#### Tạo phức:

Thêm 20,0 ml dung dịch đệm (3.6), 5,0 ml dung dịch APDC (3.3) và lắc bằng máy lắc cơ học (4.5) trong 30 s.

#### Chiết:

Thêm 10,0 ml clorofom (3.2) và lắc mạnh bằng máy lắc cơ học (4.5) trong 1 min.

Chuyển pha hữu cơ vào phễu chiết dung tích 100 ml (4.8) đã làm khô trước đó, có chứa 1,0 ml axit nitric (3.1).

Lặp lại việc chiết này hai lần, mỗi lần dùng 5 ml clorofom (3.2).

## TCVN 10661:2014

Gộp ba dịch chiết hữu cơ vào phễu chiết dung tích 100 ml (4.8).

### Giải chiết

Dùng máy lắc cơ học (4.5) lắc mạnh phễu chiết dung tích 100 ml nêu trên trong 30 s.

Thêm 9,0 ml nước và lắc mạnh lại trong 1 min.

Loại bỏ lớp hữu cơ phía dưới khi đã tách lớp và thu lấy lớp chất lỏng phía trên vào ống nghiệm khô (4.9).

### 6.6.2 Cài đặt thông số thiết bị

Lắp đèn catod rỗng chì (4.2) vào máy đo phổ (4.1).

Cài đặt dòng điện của đèn, khe đo và áp suất của hỗn hợp không khí và axetylen theo hướng dẫn của nhà sản xuất. Chính bước sóng để đạt giá trị độ hấp thụ cực đại ở khoảng 283,3 nm.

### 6.6.3 Đo phổ

Hút nước sau mỗi lần đo.

Hút các dung dịch vào ngọn lửa không khí-axetylen và xác định độ hấp thụ của từng dung dịch theo thứ tự sau:

- bốn dung dịch đã chuẩn bị trong 6.4;
- dịch chiết trong nitric thu được trong 6.6.1 đối với dung dịch mẫu trắng (6.3);
- các dịch chiết trong nitric thu được trong 6.6.1 đối với các dung dịch đã chuẩn bị trong 6.5.

## 6.7 Đường chuẩn

### 6.7.1 Đối với dung dịch mẫu trắng

Lấy độ hấp thụ của từng dung dịch hiệu chuẩn (6.4) trừ đi độ hấp thụ của dung dịch hiệu chuẩn zero và dựng đường chuẩn thể hiện khối lượng chỉ tính bằng microgam được dùng để chuẩn bị các dung dịch hiệu chuẩn trên trục hoành và độ hấp thụ đã hiệu chỉnh tương ứng trên trục tung.

### 6.7.2 Đối với dung dịch mẫu thử

Lấy độ hấp thụ của từng dung dịch chiết thu được trong các dung dịch số 2, 3 và 4 [các dung dịch mẫu thử đã thêm chuẩn (6.5)] trừ đi độ hấp thụ của dịch chiết nitric thu được đối với dung dịch số 1 [không thêm chuẩn (6.5)] và dựng đường chuẩn thể hiện khối lượng chỉ tính bằng microgam được dùng để chuẩn bị các dung dịch này trên trục hoành và độ hấp thụ đã hiệu chỉnh tương ứng trên trục tung.



## 7 Tính và biểu thị kết quả

Hàm lượng chì tổng số trong mẫu thử,  $\omega_{(Pb)}$ , tính bằng miligam trên kilogam, theo công thức sau:

$$\omega_{(Pb)} = (5 m_1 - m_0) \times \frac{1}{m}$$

Trong đó:

- $m$  là khối lượng phần mẫu thử (6.1), tính bằng gam (g);
- $m_1$  là khối lượng của chì, xác định được trong dịch chiết của dung dịch số 1 đã chuẩn bị trong (6.5), tính bằng microgam ( $\mu\text{g}$ );
- $m_0$  là khối lượng của chì, có trong dung dịch mẫu trắng (6.3), tính bằng microgam ( $\mu\text{g}$ );
- 5 là tỉ lệ giữa thể tích dung dịch mẫu thử sử dụng để chuẩn bị dung dịch hiệu chuẩn (6.5) so với thể tích dung dịch mẫu thử thu được từ 6.2.

## 8 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải nêu 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 sử dụng và viện dẫn tiêu chuẩn này;
- ngày thử nghiệm;
- kết quả thử nghiệm thu được;

mọi chi tiết thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này cùng với các chi tiết bất thường khác có thể ảnh hưởng tới kết quả thử, ví dụ mẫu thử có chứa chất không tan trong axit.

**Phụ lục A**  
(Tham khảo)

**Độ chụm của phương pháp**

Các phép phân tích do một số phòng thử nghiệm thực hiện trên ba mẫu, mỗi phòng thử nghiệm cho các kết quả thu được do cùng một người thực hiện hai phép phân tích trên một mẫu thử, cho các kết quả thống kê nêu trong Bảng A.1 dưới đây:

**Bảng A.1 – Các kết quả thống kê về độ chụm của phương pháp**

	<b>Muối mỏ</b>	<b>Muối sấy bằng chân không</b>	<b>Muối biển</b>
Số lượng phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	15	14	15
Hàm lượng chỉ trung bình, mg/kg	0,045 <sup>1)</sup>	0,025 <sup>1)</sup>	0,808
Độ lệch chuẩn lặp lại, s <sub>r</sub> , mg/kg	0,056 6	0,048 3	0,125 4
Độ lệch chuẩn tái lập, s <sub>R</sub> , mg/kg	0,129 9	0,156 6	0,414 1
<sup>1)</sup> Các giá trị trung bình thấp hơn giới hạn định lượng.			

**Thư mục tài liệu tham khảo**

- [1] European Committee for the Study of Salt, ECSS/CN 287-1982, Statistical study of Inter-Laboratory Analysis of Sodium Chloride (As, Cd, Hg, Pb).
-