

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 7932:2009

Xuất bản lần 1

**SỮA BỘT VÀ SỮA ĐẶC CÓ ĐƯỜNG –
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CHÌ BẰNG PHƯƠNG PHÁP
VON-AMPE (PHƯƠNG PHÁP CHUẨN)**

*Powder and sweetened condensed milk –
Determination of lead content by Von-ampe method (Reference method)*

HÀ NỘI - 2009

Lời nói đầu

TCVN 7932:2009 cùng với TCVN 7933:2009 thay thế TCVN 5779:1994;

TCVN 7932:2009 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC/F 12 Sữa và sản phẩm sữa biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Sữa bột và sữa đặc có đường – Xác định hàm lượng chì bằng phương pháp Von-ampe (Phương pháp chuẩn)

Powder and sweetened condensed milk –

Determination of lead content by Von-ampe method (Reference method)

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định hàm lượng chì (Pb) bằng Von-ampe, hoà tan trong sữa bột và sữa đặc có đường sau khi đã vô cơ hoá mẫu theo TCVN 4622:1994.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau là 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.

TCVN 4622:1994, Sữa bột và sữa đặc có đường – Phương pháp vô cơ hoá mẫu để xác định chì (Pb) và Asen (As).

3 Nguyên tắc

Điện phân làm giàu chì lên bề mặt điện cực hoạt động (giọt thủy ngân cố định hay mạng thủy ngân trên nền điện cực than) tại một điện thế âm xác định, trong những điều kiện lặp lại, sau đó hoà tan lượng chì đã được làm giàu bằng cách phân cực anốt và ghi pic hoà tan tương ứng.

4 Thuốc thử

Chỉ sử dụng các thuốc thử thuộc loại tinh khiết phân tích, nước được sử dụng phải là nước cất hai lần hoặc nước có độ tinh khiết tương đương, trừ khi có các qui định khác.

TCVN 7932:2009

4.1 **Axit nitric** (HNO_3), $d = 1,4$ g/ml.

4.2 **Thuỷ ngân clorua** (HgCl_2) hoặc **thuỷ ngân nitrat** $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$, dung dịch 0,01 M.

4.3 **Axit clohydric** (HCl), dung dịch 1 M.

4.4 **Dung dịch chì chuẩn gốc**, 1 mg Pb/ ml.

Hoà tan 1,5980 g $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ (hoặc 1,8300 g $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) trong cốc 100 ml (5.4), thêm 10 ml dung dịch HNO_3 (4.1), thêm nước cất đến khoảng 50 ml, lắc cho tan hết. Chuyển dung dịch vào bình định mức 1 000 ml, tráng cốc cẩn thận bằng nước, thêm nước đến vạch và lắc đều.

4.5 **Dung dịch chì chuẩn làm việc**, 10 μg Pb/ml.

Lấy 5 ml dung dịch chì chuẩn (4.4) cho vào bình định mức 500 ml, bổ sung vài giọt dung dịch HNO_3 (4.1). Thêm nước đến vạch và lắc đều. Sử dụng dung dịch này trong ngày làm việc.

5 Thiết bị, dụng cụ

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

5.1 **Máy đo quang phổ**, có điện cực dạng giọt thuỷ ngân cố định (hoặc điện cực rắn dạng đĩa quay bằng than tinh thể hoặc than mềm), điện cực phụ trợ bằng platin (pt), điện cực so sánh calomen hoặc Ag/ AgCl.

5.2 **Bình khí nitơ hoặc cacbonic**, có bộ lọc.

5.3 **Bình định mức**, dung tích 25 ml, 500 ml và 1000 ml.

5.4 **Cốc**, dung tích 100 ml.

6 Cách tiến hành

6.1 Phân tích theo đường chuẩn

6.1.1 Chuẩn bị các dung dịch

Cho lần lượt vào sáu bình định mức dung tích 25 ml (5.3) dung dịch chì chuẩn làm việc (4.5) các lượng sau đây: 0,0 ml; 0,1 ml; 0,25 ml; 0,5 ml; 0,75 ml, 1 ml và bình thứ bảy cho 10 ml dung dịch mẫu. Thêm dung dịch HCl (4.3) vào tất cả các bình cho đến vạch và lắc đều [nếu trong trường hợp dùng điện cực màng thuỷ ngân trên nền than thì trước khi thêm dung dịch HCl , thì bổ sung vào mỗi bình 0,25 ml dung dịch HgCl_2 hoặc $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$]. Trong trường hợp hàm lượng chì trong mẫu phân tích vượt quá đường chuẩn thì giảm bớt thể tích dung dịch mẫu phân tích tương ứng.

6.1.2 Đo Von-ampe hoà tan

Cho các dung dịch (6.1.1) vào bình điện phân (lần lượt từ nồng độ nhỏ đến nồng độ lớn), nếu dùng điện cực dạng giọt thuỷ ngân cố định thì tạo giọt có đường kính $\leq 0,5$ mm (theo cách hướng dẫn của mỗi loại điện cực), đặt giá trị điện thế $-0,7$ V (so với điện cực calomen bão hoà). Sục khí nitơ (hoặc cacbonat) trong 5 min (tùng bọt nhỏ liên tục từ dưới đáy bình lên) sau đó kéo ống dẫn khí lên trên bề mặt dung dịch. Khuấy dung dịch với một tốc độ không đổi (sao cho không tạo xoáy nước). Bật chuyển mạch cho điện phân (nếu thao tác tự động theo chương trình thì khởi động chương trình máy tính), trong 120 s. Ngừng khuấy 30 s rồi giảm tốc độ khoảng từ 6 mV/s đến 20 mV/s (tuỳ theo loại máy cực phổ qui định) cho đến khi về 0,0 V. Đánh giá đỉnh hoà tan tại giá trị -450 mV ± 50 mV (cũng có thể sai lệch chút ít tuỳ theo từng máy). Tráng rửa bình điện phân, thay dung dịch mới, rồi lặp lại quá trình với những thông số hoàn toàn giống như trong lần đo thứ nhất [kích thước giọt thuỷ ngân (hoặc đánh bóng lại bề mặt điện cực), thời gian điện phân]. Từ các giá trị chiều cao đỉnh thu được, dựng đường chuẩn giữa chiều cao đỉnh hoà tan và khối lượng chì (μg) trong dung dịch. Từ các giá trị nhận được, suy ra khối lượng chì trong dung dịch mẫu phân tích, m_1 (μg).

6.1.3 Phân tích theo phương pháp bổ sung chuẩn

Cho vào bình định mức 10 ml dung dịch phân tích rồi tiến hành đo như đã đề cập ở trên khi đo với dung dịch phân tích. Ngay sau khi kết thúc phép đo, chuẩn bị lại điện cực như một phần đo mới nhưng không thay dung dịch mà thêm vào dung dịch phân tích một lượng chính xác dung dịch chì chuẩn gốc (4.4) chứa khoảng 2 μg chì (tuỳ theo lượng chì có trong mẫu) rồi thực hiện đo Von-ampe như cách đo với dung dịch phân tích (6.1.2). Từ hai chiều cao đỉnh (hoặc hai điện lượng hoà tan) tính khối lượng chì có trong mẫu phân tích.

7 Tính và biểu thị kết quả

Hàm lượng chì (Pb) có trong mẫu, X , được biểu thị bằng miligam trên kilogam, tính theo công thức sau đây:

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

trong đó:

m_1 là khối lượng chì (Pb) có trong mẫu phân tích (6.1.2), tính bằng microgam;

m là khối lượng mẫu đã vô cơ hoá, tính bằng gam (ví dụ 25 g).

Kết quả phân tích được chấp nhận khi thực hiện ba phép phân tích song song trong cùng điều kiện cho sai lệch tương đối không vượt quá ± 25 %.