

Lời nói đầu

TCVN 7601:2007 được xây dựng trên cơ sở AOAC 952.13 *Arsenic in Food. Silver Diethyldithiocarbamate Method*, AOAC 963.21 *Arsenic in food. Kjeldahl Flask Digestion*, AOAC 942.17 *Arsenic in food. Molybdenum Blue Method*.

TCVN 7601:2007 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn TCVN/TC/F13 *Phương pháp phân tích và lấy mẫu* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Thực phẩm – Xác định hàm lượng arsen bằng phương pháp bạc dietyldithiocacamat

Foodstuffs – Determination of arsenic content by silver diethyldithiocarbamate method

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng arsen trong thực phẩm bằng phương pháp bạc dietyldithiocacamat.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau là rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm ban hành thì áp dụng phiên bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm ban hành thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi.

AOAC 942.17 Arsen trong thực phẩm. Phương pháp xanh molipđen (Arsenic in food. Molybdenum Blue Method).

3 Nguyên tắc

Xác định arsen bằng phương pháp đo quang phổ ở bước sóng 522 nm và dụng đồ thị của độ hấp thụ dựa vào hàm lượng As_2O_3 (hoặc As) tính bằng microgam.

4 Thuốc thử

Trong quá trình phân tích, chỉ sử dụng thuốc thử tinh khiết phân tích và nước cất hoặc nước có chất lượng tương đương, trừ khi có qui định khác.

4.1 Axit pecloric (HClO_4).

4.2 Nước brom, dung dịch nửa bão hòa

Hòa tan 75 ml brom bão hòa nước với 75 ml nước.

4.3 Dung dịch kali iodua (KI), nồng độ 15 %.

Bảo quản dung dịch nơi tối. Loại bỏ khi dung dịch chuyển sang màu vàng.

4.4 Dung dịch thiếc clorua (SnCl_2)

Hòa tan 40 g $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ không có asen trong HCl và pha loãng tới 100 ml bằng nước.

4.5 Dung dịch axit clohydric loãng (HCl)

Pha loãng 144 ml HCl tới 200 ml bằng nước.

4.6 Dung dịch bạc dietyldithiocacbamát

Hòa tan 0,5000 g muối bạc dietyl dithiocacbamát trong pyridin không màu đựng trong bình định mức 100 ml, pha loãng đến vạch bằng pyridin. Lắc trộn và bảo quản trong chai màu nâu. Thuốc thử có thể ổn định vài tháng ở nhiệt độ phòng.

4.7 Amoni oxalat, dung dịch bão hòa.

4.8 Axit sulfuric (H_2SO_4).

4.9 Axit nitric (HNO_3).

5 Thiết bị, dụng cụ

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

5.1 Bếp điện, có tấm đỡ amiăng.

5.2 Bình Kjeldahl, dung tích 800 ml.

5.3 Máy nghiền phòng thử nghiệm.

5.4 Bình định mức, dung tích 500 ml, 1 000 ml.

5.5 Máy đo quang phổ, có thể đo được ở bước sóng 522 nm.

6 Cách tiến hành

6.1 Chuẩn bị mẫu thử

CẢNH BÁO Xem các chú ý về an toàn đối với việc ôxi hóa ướt, axit nitric và axit sulfuric.

Quá trình phân hủy mẫu có thể tiến hành theo (a) của JAOAC 47 (1964) trang 629 cho tới khi hỗn hợp bền ở màu nâu hoặc sẫm. Để nguội, thêm 0,5 ml axit pecloric (4.1) đun nóng cho tới khi xuất hiện khói và chất phân hủy trong. Để nguội và thêm tiếp 2 phần, mỗi phần 0,5 ml axit pecloric (4.1), đun nóng trên bếp (5.1) cho mỗi lần thêm. Kết thúc việc phân hủy mẫu với nước và amoni oxalat bão hòa (4.7) như trong (a).

Tiến hành thử mẫu trắng song song với mẫu thử. Các mẫu trắng không được chứa quá 1 μg As.

CẢNH BÁO Xem chú ý về an toàn đối với axit pecloric.

6.1.1 Các loại quả tươi (táo, lê hay các sản phẩm tương tự)

Cân và bóc vỏ mẫu đại diện (khoảng từ 0,5 kg đến 2 kg). Cắt bỏ tất cả phần thịt quả ở rốn quả và phần đầu cuống nếu nghi là bị nhiễm hợp chất As và tiếp tục gọt vỏ nếu cần. Cho phần vỏ vào một hoặc nhiều bình Kjeldahl (5.2). Thêm 25 ml đến 50 ml axit nitric (4.9) sau đó cẩn thận thêm tiếp 40 ml axit sulfuric (4.8) (chỉ dùng 20 ml axit sulfuric nếu sử dụng phương pháp Gutzeit). Đặt từng bình lên bếp có tấm đỡ amiăng (5.1) có lỗ 5 cm. Đun nhẹ và ngừng đun nếu trào bọt.

Khi phản ứng đã ngừng, đun nóng bình cẩn thận và thỉnh thoảng xoay bình để tránh mẫu đóng kết trên thủy tinh khi tiếp xúc với lửa. Duy trì các điều kiện ôxi hóa trong bình trong suốt quá trình phá mẫu bằng việc thêm cẩn thận một lượng nhỏ axit nitric (4.9) cho tới khi hỗn hợp chuyển sang màu nâu hoặc sẫm. Tiếp tục phá mẫu cho tới khi các chất hữu cơ được phân hủy hoàn toàn và khói SO_3 đẩy ra nhiều. Dung dịch cuối cùng phải không màu hoặc màu vàng rơm nhạt. Để nguội từ từ, và thêm 75 ml nước và 25 ml dung dịch amoni oxalat bão hòa (4.7) để đuổi hết các ôxit nitơ ra khỏi dung dịch. Cho bay hơi đến khi khói SO_3 xuất hiện ở cổ bình. Để nguội và pha loãng bằng nước đến vạch của bình định mức 500 ml hoặc 1000 ml (5.4).

6.1.2 Các sản phẩm quả khô

Chuẩn bị mẫu bằng cách nghiền nhỏ và trộn 4 đến 5 lần trong máy nghiền phòng thử nghiệm (5.3). Cho 30 g đến 70 g mẫu vào bình Kjeldahl (5.2) và thêm 10 ml đến 25 ml nước, 25 ml đến 50 ml axit nitric (4.9) và 20 ml axit sulfuric (4.8). Tiếp tục phân hủy mẫu như trong 6.1.1, pha loãng phần dịch phân hủy đến 250 ml.

6.1.3 Các loại rau, quả nhỏ

Dùng 70 g đến 140 g mẫu và phân hủy mẫu như trong 6.1.1 hoặc 6.1.2.

6.1.4 Đối với các loại nguyên liệu khác với 6.1.1, 6.1.2 hoặc 6.1.3.

Phân hủy từ 5 g đến 50 g mẫu theo 6.1.1 hoặc 6.1.2, rồi pha loãng đến thể tích xác định tùy thuộc vào độ ẩm và hàm lượng arsen dự kiến.

6.1.5 Các sản phẩm chứa các hợp chất arsen hữu cơ bền, sản phẩm tạo dẫn xuất vô cơ oxi hóa không hoàn toàn làm ức chế sự phân giải arsen hoặc các sản phẩm khó phân hủy

Để xác định arsen trong các sản phẩm như: tôm, thuốc lá, dầu mỡ và một số sản phẩm khác đòi hỏi phải xử lý đặc biệt để oxi hóa toàn toàn arsen hữu cơ thành As_2O_3 hoặc để phá hủy các hữu cơ gây nhiễu.

Pha loãng dung dịch arsen thu được bằng các phương pháp đặc biệt đến thể tích xác định.

6.2 Xác định

Chuyển từ 2 ml đến 5ml dịch thủy phân mẫu thu được trong 6.1 và một lượng thể tích mẫu trắng tương tự vào các bình phản ứng. Thêm nước đến 35 ml, sau đó vừa khuấy vừa thêm vào 5 ml dung dịch axit clohydric (4.5), 2 ml dung dịch kali iodua (4.3) và 8 giọt dung dịch thiếc clorua (4.4), để yên ít nhất 15 phút.

Tách AsH_3 như trong A của AOAC 942.17 ngoại trừ việc bổ sung 4 ml dung dịch bạc dietyldithiocacbammat (4.6) vào ống chữ U.

Tháo ống nối chữ U và trộn các dung dịch thu nhận được từ ống chữ U bằng cách đưa nhẹ nhàng qua lại 5 lần với bộ hút khí. Chuyển dung dịch trực tiếp vào cuvet đo quang phổ (nên đậy bằng nắp thủy tinh) của máy đo quang phổ (5.5) và đọc ở bước sóng 522 nm.

Hàm lượng As_2O_3 (hoặc As) trong phần mẫu xác định được từ đường chuẩn.

6.3 Dụng đường chuẩn

Chuyển 0,0 ml, 1,0 ml, 3,0 ml, 6,0 ml, 10,0 ml và 15,0 ml dung dịch chuẩn chứa 1,00 μg As_2O_3 /ml vào các bình phản ứng. Thêm nước đến 35 ml và tiến hành theo 6.2. Đọc ở bước sóng 522 nm và dựng đồ thị độ hấp thụ A theo μg As_2O_3 (hoặc As).

7 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải bao gồm ít nhất các thông tin dưới đây:

- mọi thông tin cần thiết để nhận biết hoàn toàn mẫu thử.
- viện dẫn của tiêu chuẩn này hoặc phương pháp đã sử dụng.
- kết quả và đơn vị biểu thị kết quả.

- ngày tháng lấy mẫu và kiểu loại lấy mẫu (nếu có).
- ngày tháng nhận mẫu phòng thử nghiệm.
- ngày tháng thử nghiệm.
- các điểm đặc biệt quan sát được trong quá trình thử nghiệm.
- mọi thao tác không qui định trong tiêu chuẩn này, hoặc được coi là tùy chọn, cùng với các chi tiết của sự cố bất kỳ mà có thể ảnh hưởng đến kết quả.

Thư mục tài liệu tham khảo

AOAC 963.21 Arsenic in Food. Kjeldahl Flask Digestion.

AOAC 973.33 Arsenic in Meat and Poultry. Molybdenum Blue Method.