

## Lời nói đầu

TCVN 8132 : 2009 được xây dựng trên cơ sở AOAC 964.16 *Antimony in Food. Spectrophotometric Method*;

TCVN 8132 : 2009 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia 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 antimon

## bằng phương pháp quang phổ

*Foodstuffs – Determination of antimony content by spectrophotometric method*

### 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định quy trình xác định hàm lượng antimon trong thực phẩm bằng phương pháp đo quang phổ.

### 2 Nguyên tắc

Trong dung dịch axit clohydric, antimon hoá trị năm phản ứng với thuốc thử Rhodamine B, tạo thành phức chất màu, có thể chiết được bằng dung môi hữu cơ. Đo độ hấp thụ của phức màu này ở bước sóng 565 nm.

### 3 Thuốc thử

Chỉ sử dụng thuốc thử loại tinh khiết phân tích và nước được sử dụng phải là nước cất hai lần bằng dụng cụ thủy tinh hoặc nước có chất lượng tương đương, trừ khi có quy định khác.

**CHÚ THÍCH** Trước khi sử dụng, các dung dịch axit clohydric (3.1), dung dịch axit phosphoric (3.2), dung dịch Rhodamine (3.3) và benzen (3.4) được giữ trong tủ lạnh và duy trì ở nhiệt độ 5 °C đến 10 °C.

#### 3.1 Dung dịch axit clohydric, 6 M

Pha loãng dung dịch axit clohydric đậm đặc với nước theo tỷ lệ 1:1 (thể tích).

#### 3.2 Dung dịch axit phosphoric loãng, 1 M.

Pha loãng 70 ml dung dịch H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> (85 %) bằng nước đến 1 000 ml trong bình định mức (4.2).

**3.3 Dung dịch Rhodamine B** {[9-(2-cacboxyphenyl)-6-diethylamino-3-xanthenyliden]-diethylamoni clorua, công thức phân tử C<sub>28</sub>H<sub>31</sub>ClN<sub>2</sub>O<sub>3</sub>}, 0,02 % trong nước.

### 3.4 Benzen.

### 3.5 Axit pecloric ( $\text{HClO}_4$ ), 70 %.

### 3.6 Amoni oxalat, dung dịch bão hòa.

### 3.7 Axit nitric ( $\text{HNO}_3$ ), dung dịch đậm đặc.

### 3.8 Axit sulfuric ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ), dung dịch đậm đặc.

### 3.9 Dung dịch chuẩn antimon

#### 3.9.1 Dung dịch chuẩn gốc, 100 $\mu\text{g}$ Sb/ml

Dùng cân 4.1, cân 0,1000 g antimon (Sb) tinh khiết, chính xác đến 0,1 mg, sau đó hòa tan trong 25 ml dung dịch  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (3.8) đựng trong bình định mức dung tích 1 000 ml (4.2). Đun nóng, làm nguội rồi thêm nước đến vạch.

#### 3.9.2 Dung dịch chuẩn làm việc, 1 $\mu\text{g}$ Sb/ml

Pha loãng 2,0 ml dung dịch chuẩn gốc (3.9.1) với nước trong bình định mức dung tích 200 ml (4.2) và thêm nước đến vạch.

## 4 Thiết bị, dụng cụ

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

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

### 4.2 Bình định mức, dung tích 200; 250; 500 và 1 000 ml.

### 4.3 Bình nón thủy tinh, dung tích 125 ml.

### 4.4 Bình Kjeldahl, dung tích 800 ml.

### 4.5 Bình chiết, dung tích 125 ml, có nút vặn kín bằng teflon.

CHÚ THÍCH Trước khi sử dụng, các bình chiết (4.5) được giữ trong tủ lạnh và duy trì ở nhiệt độ 5 °C đến 10 °C.

### 4.6 Bếp điện, có tấm lưới amiăng.

### 4.7 Máy nghiền phòng thử nghiệm.

### 4.8 Pipet, dung tích 2, 4, 5, 6, 8 và 10 ml.

### 4.9 Ống nghiệm.



#### 4.10 Tủ lạnh.

#### 4.11 Bể nước đá.

#### 4.12 Máy đo quang phổ, có cuvet 1 cm, có thể đo được ở bước sóng 565 nm.

### 5 Lấy mẫu

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

Việc lấy mẫu không qui định trong tiêu chuẩn này. Xem tiêu chuẩn cụ thể có liên quan đến sản phẩm. Nếu chưa có tiêu chuẩn cụ thể liên quan đến sản phẩm thì các bên có liên quan nên thoả thuận với nhau về vấn đề này.

### 6 Chuẩn bị mẫu thử

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

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

Cân và gọt vỏ mẫu đại diện (khoảng từ 0,5 kg đến 2 kg). Cắt bỏ tất cả phần thịt quả quanh rốn quả và phần đầu cuống nếu nghi là bị nhiễm antimon và tiếp tục gọt vỏ nếu cần. Cho phần đã loại bỏ vỏ vào các bình Kjeldahl 800 ml (4.4). Thêm từ 25 ml đến 50 ml axit nitric (3.7), sau đó cẩn thận thêm tiếp 40 ml axit sulfuric (3.8). Đặt bình lên bếp có tấm lưới amiăng (4.6) có khung với đường kính 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 mẫu không bị đóng kết trên phần thủy tinh tiếp xúc với lửa. Duy trì các điều kiện oxy hóa trong bình trong suốt quá trình phá mẫu bằng việc thêm cẩn thận các lượng nhỏ axit nitric (3.7) cho tới khi hỗn hợp chuyển sang màu nâu hoặc sẫm.

Tiếp tục phân huỷ cho tới khi các chất hữu cơ được phá huỷ hoàn toàn và khói  $SO_3$  bốc lên. Dung dịch cuối cùng phải không màu hoặc màu vàng nhạt. Để phân huỷ dễ dàng hơn, sau khi thu được hỗn hợp bền ở màu nâu hoặc sẫm thì để nguội rồi thêm 0,5 ml axit pecloric (3.5), đun nóng cho tới khi xuất hiện khói và dịch phân huỷ trong. Để nguội và bổ sung 2 lần, mỗi lần 0,5 ml axit pecloric (3.5), đun nóng trên bếp (4.6) sau mỗi lần thêm.

Để nguội từ từ và thêm 75 ml nước và 25 ml dung dịch amoni oxalat bão hòa (3.6) để đuổi hết các axit nitơ ra khỏi dung dịch. Lại 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 1 000 ml (4.2).

### 6.1.2 Sản phẩm quả khô

Chuẩn bị mẫu bằng cách nghiền nhỏ và trộn 4 đến 5 lần trong máy nghiền phòng thử nghiệm (4.7). Cho 30 g đến 78 g mẫu vào các bình Kjeldahl 800 ml (4.4) và thêm 10 ml đến 25 ml nước, 25 ml đến 50 ml axit nitric (3.7) và 20 ml axit sulfuric (3.8). Tiếp tục phân hủy mẫu như trong 6.1.1, pha loãng phần dịch phân hủy đến 250 ml trong bình định mức.

### 6.1.3 Các loại quả nhỏ và rau

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 ngoài 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, tùy thuộc vào độ ẩm và hàm lượng antimon dự kiến pha loãng đến thể tích xác định.

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

Để xác định antimon trong các sản phẩm như: tôm, thuốc lá, dầu mỡ và một số sản phẩm khác đòi hỏi phải xử lý đặc biệt để oxy hóa hoàn toàn antimon hữu cơ thành  $Sb_2O_5$  hoặc để phá hủy các chất hữu cơ gây nhiễu.

Pha loãng dịch phân hủy bằng các phương pháp đặc biệt đến thể tích xác định.

## 7 Cách tiến hành

### 7.1 Xác định

Chuyển dịch phân hủy đã chuẩn bị vào bình nón thủy tinh 125 ml (4.3), thêm một thể tích dung dịch  $H_2SO_4$  (3.8) vừa đủ 5 ml và cho bay hơi đến khi xuất hiện khói  $SO_3$ . Để nguội và thêm 10 giọt dung dịch  $HClO_4$  (3.5), tiếp tục cho bay hơi đến khi xuất hiện khói trắng.

Làm nguội dịch phân hủy trong bể nước đá (4.11) trong thời gian không nhỏ hơn 30 min, sau đó dùng pipet (4.8) thêm từ từ 5 ml dung dịch  $HCl$  6 M (3.1) đã được làm lạnh trước. Để yên 15 min trong bể nước đá (4.11), rồi thêm 8 ml dung dịch  $H_3PO_4$  1 M (3.2) đã được làm lạnh trước. Ngay khi dịch chiết chuyển sang màu nâu (màu đỏ trong vài giờ). Thêm ngay 5 ml dung dịch Rhodamine B (3.3) đã được làm lạnh trước, đậy nút bình nón và lắc mạnh.

**CHÚ THÍCH** Thực hiện quá trình tách chiết và hiện màu trong điều kiện nhiệt độ  $5^\circ C$  đến  $10^\circ C$  và ánh sáng yếu.

Chuyển dịch thu được vào bình chiết 125 ml (4.5) đã được làm lạnh trước. Dùng pipet lấy 10 ml benzen (3.4) đã được làm lạnh trước cho vào bình chiết, lắc mạnh trong 1 min rồi loại bỏ lớp chất lỏng. Chuyển lớp benzen màu nâu (hoặc màu đỏ nếu có mặt antimon) vào ống nghiệm (4.9) và để cho nước

lắng xuống. Tráng cuvet 1 cm bằng dịch thu được, làm đầy cuvet rồi đo độ hấp thụ ở bước sóng 565 nm so với mẫu trắng benzen. Đọc kết quả từ đường chuẩn.

Thực hiện phép thử trắng sử dụng cùng một qui trình như đối với phần mẫu thử, nhưng bỏ qua phần mẫu thử.

## 7.2 Dụng cụ chuẩn

Dùng pipet (4.8) lấy 0; 2; 4; 6; 8 và 10 ml dung dịch chuẩn làm việc antimon (3.9.2) cho vào các bình nón dung tích 125 ml (4.3), thêm vào mỗi bình 5 ml dung dịch  $H_2SO_4$  và tiến hành theo 7.1. Dụng cụ đo thị độ hấp thụ theo số microgam antimon trong dung dịch chuẩn làm việc.

## 8 Tính kết quả

Hàm lượng antimon trong mẫu thử,  $C_{sb}$ , biểu thị bằng microgam trên gam ( $\mu g/g$ ) được tính theo công thức sau:

$$C_{sb} = \frac{C_o \times V}{m}$$

trong đó

- $C_o$  là hàm lượng antimon trong dung dịch mẫu thử, xác định được từ đường chuẩn (xem 7.2), tính bằng microgam trên mililit ( $\mu g/ml$ );
- $m$  là khối lượng mẫu thử, tính bằng gam (g);
- $V$  là dung tích bình định mức dùng để pha loãng dịch chiết từ mẫu thử (xem 7.1), tính bằng mililit (ml).

## 9 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ:

- a) mọi thông tin cần thiết về việc nhận biết đầy đủ mẫu thử;
- b) phương pháp lấy mẫu đã sử dụng, nếu biết;
- c) phương pháp thử đã sử dụng và viện dẫn tiêu chuẩn này;
- d) mọi thao tác không được quy định trong tiêu chuẩn này, hoặc những điều được coi là tự chọn và bất kỳ chi tiết nào có ảnh hưởng tới kết quả;
- e) kết quả thử nghiệm thu được.

## **Thư mục tài liệu tham khảo**

- [1] AOAC 963.21 *Arsenic in Food. Kjeldahl Flask Digestion.*