

Lời nói đầu

TCVN 7602:2007 được xây dựng trên cơ sở AOAC 972.25 *Lead in Food. Atomic absorption spectrophotometric method*

TCVN 7602:2007 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 chì bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử

Foodstuffs – Determination of lead content by atomic absorption spectrophotometric method

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng chì có trong thực phẩm bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử.

2 Nguyên tắc

Phần mẫu thử được phân hủy và lượng chì giải phóng ra được cộng kết với stronti sunfat (SrSO_4). Các muối sunfat hòa tan được gạn ra và chất kết tủa được chuyển sang dạng muối cacbonat, được hòa tan trong axit và được xác định bằng quang phổ hấp thụ nguyên tử ở bước sóng 217,0 nm hoặc 283,3 nm.

3 Thuốc thử

Trong suốt 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.

3.1 Dung dịch stronti, 2 %.

Hòa tan 6 g $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ trong 100 ml nước.

3.2 Hỗn hợp ba axit

Cho 20 ml axit sulfuric (3.7) vào 100 ml nước, lắc trộn, thêm tiếp 100 ml axit nitric (3.3) và 40 ml axit pecloric 70 % (3.8) và trộn.

3.3 Axit nitric (HNO_3), 1 M

Cho 128 ml axit nitric đã chưng cất lại vào 500 ml đến 800 ml nước và pha loãng đến 2 lít, axit nitric đã được chưng cất lại có thể được pha loãng và sử dụng mà không cần chưng cất lại lần nữa.

3.4 Dung dịch chi chuẩn

3.4.1 Dung dịch gốc, 1 000 µg/ml.

Hòa tan 1,5985 g chì nitrat, đã được kết tinh lại (có thể xem AOAC 935.50), trong khoảng 500 ml axit nitric 1 M (3.3) trong bình định mức 1 lít và pha loãng bằng axit nitric 1 M (3.3) đến vạch.

3.4.2 Dung dịch làm việc.

Chuẩn bị dung dịch có hàm lượng chì 100 µg/ml bằng cách dùng dung dịch axit nitric 1 M (3.3) để pha loãng 10 ml dung dịch gốc đến 100 ml. Pha loãng các phần 1 ml, 3 ml, 5 ml, 10 ml, 15 ml và 25 ml của dung dịch này bằng dung dịch axit nitric 1 M (3.3) đến 100 ml, các dung dịch thu được này chứa hàm lượng chì tương ứng là 1 µg/ml, 3 µg/ml, 5 µg/ml, 10 µg/ml, 15 µg/ml và 25 µg/ml.

3.5 Axit nitric (HNO₃), 10 %.

3.6 Amoni cacbonat [(NH₄)₂CO₃].

3.7 Axit sulfuric (H₂SO₄), 0,5 M.

3.8 Axit pecloric (HClO₄), 70 %.

4 Thiết bị, dụng cụ

Tất cả các dụng cụ thủy tinh mới và dụng cụ thủy tinh đã dùng để đựng chì phải được đun trong axit nitric 10 % (3.5) trước khi rửa. Không được để dụng cụ thủy tinh đã qua sử dụng bị khô đi trước khi rửa, phải tráng lần cuối cùng bằng axit nitric (3.5) và sau đó rửa bằng nước đã khử ion.

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

4.1 Máy quang phổ hấp thụ nguyên tử, đo được ở bước sóng 217,0 nm hoặc 283,3 nm.

4.2 Máy ly tâm ống, dung tích 50 ml.

4.3 Bình định mức, dung tích 100 ml, 1 000 ml và 2 000 ml.

4.4 Bể thủy tinh.

4.5 Bể siêu âm.

4.6 Cốc chịu nhiệt, dung tích 50 ml, 100 ml, 250 ml và 500 ml chịu được nhiệt độ $500\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$.

4.7 Bình Kjeldahl.

4.8 Máy nghiền phòng thử nghiệm.

4.9 Tủ hút hoặc hệ thống ống hút chân không bằng vòi nước.

5 Cách tiến hành

5.1 Phân hủy mẫu

Cân phần mẫu thử chứa không quá 10 g chất khô và không dưới $3\text{ }\mu\text{g}$ chì, chuyển vào cốc chịu nhiệt 500 ml (4.6) hoặc bình Kjeldahl (4.7), thêm 1 ml dung dịch stronti 2 % (3.1) và một vài viên bi thủy tinh (4.4). Chuẩn bị mẫu trắng và tiến hành thao tác giống như đối với mẫu thử. Thêm 15 ml hỗn hợp ba axit (3.2) trên mỗi gam chất khô và để yên trên 2 giờ. Đun trong tủ hút hoặc với hệ thống ống hút chân không bằng vòi nước (4.9) cho đến khi trong bình chỉ còn lại axit sulfuric và muối vô cơ.

CHÚ THÍCH Chú ý tránh để thất thoát mẫu do tạo bọt khi gia nhiệt lẫn đầu và khi sự tạo bọt xuất hiện ngay sau khi nguyên vật liệu bị than hóa. Tắt bếp và lắc bình trước khi tiếp tục phân hủy. Thêm axit nitric (3.3) nếu cần.

5.2 Tách chì

Làm nguội phần phân hủy trong vài phút (phần phân hủy cần được làm nguội đủ để bổ sung được khoảng 15 ml nước một cách an toàn, nhưng đủ nóng để làm sôi khi thêm nước vào). Rửa phần phân hủy vẫn còn nóng cho vào ống ly tâm 40 ml đến 50 ml có thắt ở đáy và lắc. Để nguội, ly tâm 10 phút ở $350 \times g$ ¹⁾ và gạn chất lỏng cho vào cốc chứa chất thải (có thể gạn bỏ luôn chất kết tủa giống màng mỏng trên bề mặt). Tách chất kết tủa bằng máy ly tâm (4.2). Để chuyển hết, thêm 20 ml nước và 1 ml axit sulfuric 0,5 M (3.7) vào cốc đầu tiên và đun nóng. Không được bỏ qua bước này cho dù có vẻ như là đã chuyển hoàn toàn trong lần rửa đầu tiên. Rửa nóng lượng chứa trong bình phân hủy ban đầu cho vào ống ly tâm có chứa chất kết tủa. Khuấy để trộn đều, làm nguội, ly tâm và gạn phần chất lỏng vào cốc chứa chất thải.

Trộn chất kết tủa bằng cách khuấy mạnh, thêm 25 ml dung dịch amoni cacbonat (3.6) bão hòa (khoảng 20 %) và khuấy cho đến khi tất cả phần kết tủa được phân tán hết. Để yên trong 1 giờ, ly tâm, và gạn phần chất lỏng vào cốc chứa chất thải. Lặp lại quá trình xử lý với amoni cacbonat (3.6), ít nhất hai lần nữa.

Sau khi gạn, lật úp ống ly tâm lên trên khăn giấy và để ráo hết nước. Thêm 5 ml axit nitric 1 M (3.3) [nếu hàm lượng chì dự đoán lớn hơn $25\text{ }\mu\text{g}$, thì trong cả mẫu thử và mẫu trắng sử dụng một lượng thể tích dung dịch axit nitric 1 M (3.3) lớn hơn], khuấy mạnh để đuổi khí CO_2 hoặc sử dụng bể siêu âm (4.5)

¹⁾ $350 \times g$ tương đương với tốc độ 3500 vòng/phút.

từ 2 phút đến 3 phút, để yên 30 phút và ly tâm nếu vẫn còn chất kết tủa (sử dụng kỹ thuật như nhau cho tất cả các phần mẫu thử).

5.3 Xác định

Thiết lập các điều kiện tối ưu cho thiết bị, sử dụng ngọn lửa oxi hóa không khí axetylen và bước sóng cộng hưởng 217,0 nm hoặc 283,3 nm. Xác định độ hấp thụ của dung dịch thử và dung dịch trắng và ít nhất 5 chuẩn trong dải làm việc tối ưu (10 % đến 80 % T) trước và sau khi đọc mẫu. Rửa đầu đốt bằng axit nitric 1 M (3.3) và kiểm tra điểm "0" giữa các lần đọc.

6 Tính kết quả

Xác định hàm lượng chì từ đường chuẩn của độ hấp thụ A dựa theo nồng độ chì $\mu\text{g/ml}$.

Hàm lượng chì, X , tính bằng microgam trên gam, theo công thức sau:

$$X = \frac{m_1 \times v}{m_2}$$

trong đó

m_1 là hàm lượng chì từ đường chuẩn tương ứng với độ hấp thụ A , tính bằng micro gam trên mililit;

v là thể tích dung dịch axit nitric 1 M (3.3) đã sử dụng, tính bằng mililit;

m_2 là khối lượng phần mẫu thử, tính bằng gam.

7 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải chỉ ra:

- 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;
- mọi chi tiết thao tác không qui định trong tiêu chuẩn này, cùng với các chi tiết bất thường khác có thể ảnh hưởng đến kết quả;
- các kết quả thử nghiệm thu được.

Thư mục tài liệu tham khảo

- AOAC 935.50 Lead. Suitability of methods and precautions.
- AOAC 934.07 Lead in food. General Dithizone Method.