

Lời nói đầu

TCVN 7604:2007 được xây dựng trên cơ sở AOAC 971.21 *Mercury in Food. Flameless atomic absorption spectrophotometric method.*

TCVN 7604:2007 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 thủy ngân bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử không ngọn lửa

Foods – Determination of mercury content by flameless atomic absorption spectrophotometric method

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng thủy ngân có trong thực phẩm bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử không ngọn lửa.

2 Nguyên tắc

Thủy ngân được tách ra khỏi phần mẫu thử đã phân hủy dưới dạng hơi thủy ngân bằng phương pháp hóa hơi lạnh, sau đó lượng thủy ngân được xác định bằng đo phổ hấp thụ nguyên tử không ngọn lửa. Hàm lượng thủy ngân được xác định theo phương pháp đường chuẩn.

3 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.

3.1 Dung dịch khử

Pha 50 ml axit sulfuric (3.5) với khoảng 300 ml nước. Để nguội đến nhiệt độ phòng và hoà tan 15 g natri clorua (3.6), 15 g hydroxylamin sunfat (3.7) và 25 g thiếc clorua (3.8). Pha loãng bằng nước đến vạch trong bình định mức 500 ml (4.6).

3.2 Dung dịch pha loãng

Cho 58 ml axit nitric (3.9) và 67 ml axit sulfuric (3.5) vào bình định mức 1 000 ml (4.6) chứa sẵn khoảng từ 300 ml đến 500 ml nước. Pha loãng bằng nước đến vạch mức.

3.3 Magiê peclorat $[Mg(ClO_4)_2]$, chất hút ẩm được đổ vào bình làm khô (Hình 1). Thay thế nếu cần.

CẢNH BÁO Cần thận trọng vì magiê peclorat có thể nổ khi tiếp xúc với các chất hữu cơ.

3.4 Dung dịch thủy ngân chuẩn

3.4.1 Dung dịch gốc, 1 000 $\mu\text{g/ml}$.

Hòa tan 0,1354 g thủy ngân clorua trong 100,0 ml nước.

3.4.2 Dung dịch làm việc, 1 $\mu\text{g/ml}$.

Pha loãng 1 ml dung dịch gốc bằng dung dịch H_2SO_4 0,5 M (3.10) đến vạch mức 1 000 ml của bình (4.6). Chuẩn bị dung dịch trong ngày sử dụng.

3.5 Axit sulfuric (H_2SO_4), 98 %.

3.6 Natri clorua (NaCl).

3.7 Hydroxylamin sunfat $[(NH_2OH)_2H_2SO_4]$.

3.8 Thiếc clorua ($SnCl_2$).

3.9 Axit nitric (HNO_3), 7 M.

3.10 Axit sulfuric (H_2SO_4), 5 M.

3.11 Axit sulfuric (H_2SO_4), 9 M.

3.12 Natri molipdat $[Na_2MoO_4]$, 2 %.

3.13 Axit pecloric ($HClO_4$).

4 Thiết bị, dụng cụ

Sử dụng các thiết bị, dụng cụ của phòng thử nghiệm thông thường (có thể sử dụng các loại thiết bị chuyên dụng để xác định thủy ngân) và cụ thể như sau:

4.1 Máy quang phổ hấp thụ nguyên tử

Đo được ở bước sóng 253,7 nm, độ rộng khe đo 160 μm , cường độ dòng điện 3 mA và thang độ nhạy 2,5 và có trang bị cuvet đo khí.

4.2 Bơm màng

Vật liệu của màng ngoài và các phần bên trong với đầu phun tia làm bằng chất dẻo loại acrylic. Sử dụng các ống Teflon chuẩn 16 cho tất cả các chỗ kết nối.

4.3 Thiết bị ngưng hoặc bộ sinh hàn, có đầu nối nhám.

Làm kín thiết bị ngưng bằng các vòng Raschig đến chiều cao 100 mm, sau đó đổ một lớp dày khoảng 20 mm các hạt thủy tinh đường kính 4 mm (4.8) lên phía trên của các vòng.

4.4 Đầu nối nhám.

4.5 Bình phân hủy, bình chịu nhiệt 250 ml có cổ nhám.

4.6 Bình định mức, 100 ml, 500 ml, 1 000 ml.

4.7 Mảnh chống trào.

4.8 Bi thủy tinh, đường kính 4 mm.

5 Cách tiến hành

5.1 Phân hủy mẫu

Cân khoảng 5,0 g phần mẫu thử cho vào bình phân hủy (4.5), thêm 25 ml axit sulfuric 9 M (3.11), 20 ml axit nitric 7 M (3.9), 1 ml dung dịch natri molipdat 2 % (3.12) và 5 mảnh đến 6 mảnh chống trào (4.7). Lắp bộ sinh hàn (tuần hoàn nước) (4.3) và đun nhẹ trong khoảng 1 giờ. Ngắt nhiệt và để yên trong vòng 15 phút. Thêm 20 ml hỗn hợp dung dịch axit nitric (3.9) và axit pecloric (3.13) theo tỷ lệ 1:1 qua bộ sinh hàn (4.3).

Tắt nước tuần hoàn qua bộ sinh hàn và đun sôi mạnh đến khi xuất hiện khói trắng trong bình. Tiếp tục đun trong 10 phút.

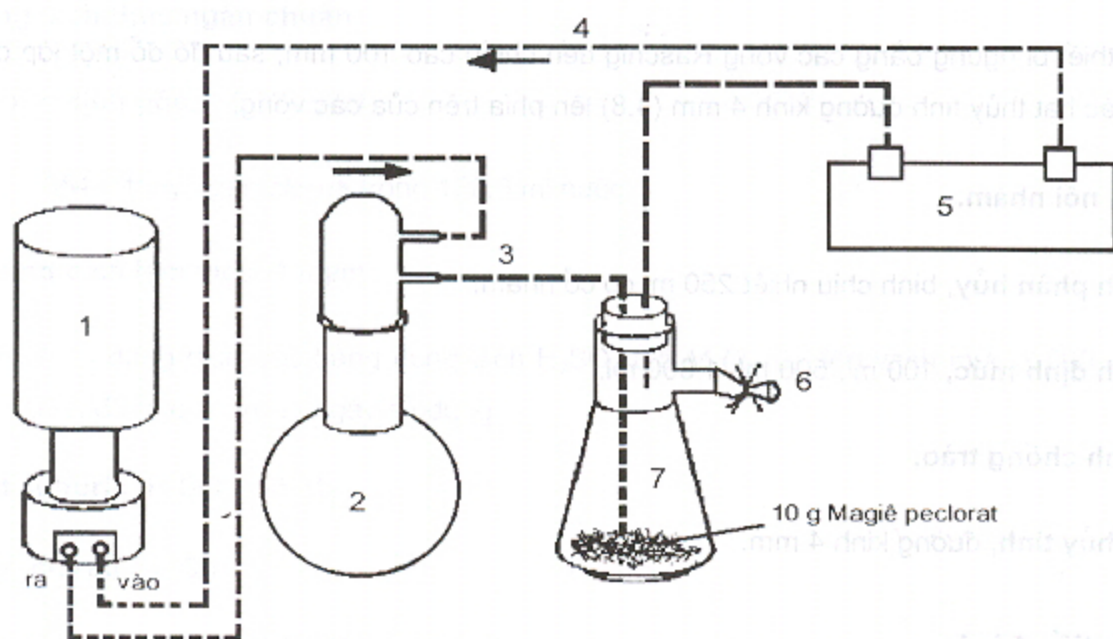
Để nguội, thêm cẩn thận 10 ml nước qua bộ sinh hàn trong khi vẫn khuấy dung dịch trong bình. Đun sôi tiếp dung dịch trong 10 phút. Tắt bếp và rửa bộ sinh hàn 3 lần, mỗi lần bằng 15 ml nước. Để nguội đến nhiệt độ phòng.

5.2 Tiến hành đo

Chuyển toàn bộ mẫu đã phân hủy vào bình định mức 100 ml và pha loãng bằng nước đến vạch. Chuyển 25,0 ml phần mẫu thử vào bình phân hủy (4.5) khác. Dùng dung dịch pha loãng (3.2) để điều chỉnh thể tích đến 100 ml.

Chỉnh tốc độ tại đầu ra của bơm đến khoảng 2 lít khí/phút bằng bơm màng (4.2). Lắp thiết bị như ở Hình 1, trừ ống nối khí. Chỉnh máy quang phổ về "0" khi máy bơm đang hoạt động, thêm 20 ml dung

dịch khử (3.1) để hòa tan phần mẫu thử. Lắp ngay ống nối khí và thổi khí vào trong khoảng 3 phút. (Điều chỉnh thời gian thổi khí để thu được độ hấp thụ tối đa). Ghi lại giá trị độ hấp thụ A, xả áp ở phần ngoài của bơm và mở lỗ thoát trên bình lọc để hệ thống cân bằng.



Chú giải

- 1 bơm màng
- 2 bình phân hủy, dung tích 250 ml
- 3 ống dẫn khí
- 4 ống Teflon chuẩn 16
- 5 cuvet đo khí 11,5 cm
- 6 lỗ thoát có khóa
- 7 bình làm khô, dung tích 125 ml

Hình 1 – Thiết bị phân tích quang phổ hấp thụ nguyên tử không ngọn lửa

4.3 Dụng đường chuẩn

Chuẩn bị mẫu trắng và dụng đường chuẩn bằng cách cho 0 µg; 0,2 µg; 0,4 µg; 0,6 µg; 0,8 µg và 1,0 µg thủy ngân vào một dãy các bình phân hủy. Thêm vào mỗi bình 100 ml dung dịch pha loãng (3.2). Cuối cùng, thêm dung dịch khử (3.1) và thực hiện các thao tác như đối với mẫu thử.

Dụng đường chuẩn. Nếu hàm lượng thủy ngân nằm ngoài đường chuẩn thì lặp lại phép xác định với phần dung dịch thử nhỏ hơn để đưa lượng thủy ngân vào phạm vi của đường chuẩn.

5 Tính kết quả

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

$$\therefore X = \frac{m_1}{m_2}$$

trong đó

m_1 là khối lượng thủy ngân có trong mẫu, tính bằng micro gam;

m_2 là 1/4 khối lượng phần mẫu thử ban đầu, tính bằng gam.

6 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 nào khác có thể ảnh hưởng đến kết quả;
- các kết quả thử nghiệm thu được.