

TCVN

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

P

X

AP

TCVN 5685 - 1992

NUỐC MẮM

MỨC TỐI ĐA HÀM LƯỢNG CHÌ
VÀ PHƯƠNG THÁP XÁC ĐỊNH

HÀ NỘI - 1992

NƯỚC MẮM

MỨC TỐI ĐA HÀM LƯỢNG CHÌ VÀ PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH

Fish sauce

Maximum lead content and method of determination

1. YÊU CẦU KỸ THUẬT

Hàm lượng chì có trong nước mắm được sản xuất từ cá, không được quá 1mg/l.

2. PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH

2.1. Nguyên tắc

Xác định hàm lượng chì trong nước mắm bằng phương pháp so màu ditizon, dựa trên sự phá hủy các chất hữu cơ bởi tro hóa ở 550°C, chiết xuất tách chì ra khỏi các hợp chất khác bằng clorofom và chuyển thành phức ditizonat chì màu đỏ.

Định lượng bằng so màu quang phổ với mẫu chì chuẩn.

2.2. Lấy mẫu

Lấy mẫu thử theo TCVN 5107-90.

2.3. Dụng cụ thiết bị

- Cốc, chén, bát nung bằng sứ hoặc silica;
- Lò nung loại 600°C, 1000°C.
- Nồi cách thủy;
- Phễu chiết có nút mài.
- Bình định mức có nút mài 1500, 500 và 250ml;
- Máy so màu quang phổ có bước sóng 510nm.
- Pipet 5, 10, 20 và 50ml;
- Bình tam giác chịu nhiệt.

2.4. Hóa chất

2.4.1. Dung dịch amon xitrat 40%

Hòa tan 400g xitrat axit vào 800ml nước cất hai lần trong bình định mức 1000ml, cho thêm amon hydroxit (NH₄OH) tới pH 8,4. Kiểm tra bằng chỉ thị màu phenol đỏ 0,1%, thêm nước tới vạch định mức.

2.4.2. Dung dịch hydroxylamin hydroclorit 20%

Hòa tan 20g hydroxylamin hydroclorit ($\text{NH}_2\text{OH.HCl}$) vào 65ml nước cất 2 lần trong bình định mức 100ml, cho thêm vài giọt chỉ thị màu metacrezol 0,1%. Trung hòa bằng amon hydroxit (NH_4OH) tới khi dung dịch chuyển màu vàng (pH 2,8), rồi thêm với số lượng thừa dung dịch 1% dietylditiocacbamnatratri, chiết xuất với clorofom cho tới khi hết màu vàng. Thêm axit clohydric cho tới khi dung dịch có màu hồng (pH 1,2) thêm nước cất 2 lần tới vạch định mức.

2.4.3. Dung dịch kali xyanua 10%

Hòa tan 100g kali (KCN) trong bình tam giác 1000ml với nước cất 2 lần, cho thêm 10g magie oxit (MgO). Đun sôi nhẹ 30 phút. Để nguội, lọc chân không và cho nước đủ 1000ml. (Pha cẩn thận trong tủ hút, vì bốc mùi khó chịu).

2.4.4. Dung dịch ditizon

Cho vào phễu chiết 1000ml có nút mài 500ml clorofom và 50ml dung dịch có chứa 0,25g hydroxylamin hydroclorit (5%). Chuyển dung dịch trong phễu chiết thành dung dịch kiềm amon hydroxit (NH_4OH) với chỉ thị màu phenol đỏ 0,1%, chiết gạn lấy lớp clorofom và thêm 5ml etanol (để ổn định dung dịch). Hòa tan ngay 15mg ditizon vào clorofom. Giữ trong tủ lạnh. Khi dùng lắc với 1% axit nitric.

2.4.5. Dung dịch amon xyanua.

Hòa tan 10g kali xyanua trong bình định mức 1000ml với dung dịch amon hydroxit (NH_4OH). Pha trong tủ hút.

2.4.6. Dung dịch chì tiêu chuẩn

2.4.6.1. Dung dịch chuẩn 2mg Pb/ml

Hòa tan 3,197g chì nitrat tinh khiết phân tích (sấy khô ở 100°C) vào dung dịch 1% axit nitric trong bình định mức 1000ml tới vạch (dung dịch có nồng độ 2mg Pb/ml).

2.4.6.2. Dung dịch chuẩn làm việc (2 μg Pb/ml)

Hòa tan 1ml dung dịch 2mg Pb/ml vào dung dịch 1% axit nitric bão hòa clorofom trong bình định mức 1000ml tới vạch.

2.4.7. Dung dịch đệm pH 3,4

Hòa tan 9,1ml axit nitric vào 500ml nước và điều chỉnh pH tới 3,4 bằng amon hydroxit. Cho thêm 25ml kali hydrophthalat và 5ml axit clohydric nồng độ 0,2N. Cho thêm nước cất 2 lần vừa đủ 1000ml. Kiểm tra lại bằng pH mét trước khi sử dụng để có pH 3,4, bằng amon hydroxit (NH_4OH).

2.5. Tiến hành thử

2.5.1. Hút từ 20 đến 40ml nước mẫu, cho vào cốc, chén nung. Đun thật nhỏ lửa, hoặc đặt trên nồi cách thủy tới thật khô. Cho cốc nước mẫu đã sấy khô vào lò nung, điều chỉnh nhiệt độ bắt đầu từ 250°C , tăng dần từng nấc 50°C lên tới 350°C , cho tới khi không còn khói bay ra, rồi tăng lên 500°C (với từng nấc 75°C), nung khoảng 16 giờ, tắt lò nung để nguội. Nếu tro trắng hoàn toàn, mẫu tro hóa đã xong. Nếu tro còn màu xám, mẫu tro hóa chưa xong. Cho thêm vài giọt nước và thêm khoảng 0,5 đến 3ml axit nitric. Đặt trên nồi cách thủy tới khô, rồi tiếp tục nung đến 250°C rồi 500°C , trong khoảng từ 1 đến 2 giờ. Có thể nung từ 2 đến 3 lần nếu mẫu trong chén nung vẫn còn xám.

Hòa tan cân trong 5ml axit nitric, có nồng độ 1N và đun nóng trong nồi cách thủy từ 2 đến 3 phút. Nếu cần thiết, lọc vào bình định mức 100ml, lặp lại 2 lần với 5ml dung dịch axit nitric, nồng độ 1N. Nước rửa cùng dịch lọc cho cả vào bình định mức 100ml, thêm dung dịch axit nitric nồng độ 1N tới vạch.

Hút 50ml dịch mẫu cho vào phễu chiết đã có sẵn 15ml amon xitrat 40%. Chuyển dung dịch trong phễu chiết sang kiềm (pH 8,4) bằng amon hydroxit (NH_4OH) với chỉ thị màu phenol đỏ. Để nguội cho thêm 5ml dung dịch kali xyanua (KCN) 1ml hydroxylamin hydroclorit và 5ml dung dịch ditizon. Lắc đều, nếu lớp ditizon trong, clorofom vẫn giữ màu xanh, chứng tỏ không có, hoặc có rất ít chì. Chuyển dung dịch ditizon sang phễu chiết thứ 2, và tiếp tục chiết xuất lại với 5ml dung dịch ditizon mới, cho tới khi chỉ còn một màu xanh. Dung dịch chiết xuất ditizon được tập trung trong phễu chiết 2, đem rửa với 50ml nước cất 2 lần và chuyển sang phễu chiết thứ 3. Loại bỏ nước rửa. Cho 50ml dung dịch đệm (pH 3,4) vào dung dịch ditizon ở phễu chiết thứ 3 và chiết xuất bằng cách lắc để tách chì từ dung dịch ditizon chuyển sang dung dịch đệm (pH 3,4) và dung dịch ditizon chuyển thành màu xanh. Bỏ lớp dung dịch ditizon có màu xanh để loại bismuth (nếu mẫu còn bismuth, chiết xuất dung dịch đệm pH 3,4 trong phễu chiết thứ 3 bằng hai lần dung dịch ditizon mới, mỗi lần 5ml và loại dung dịch ditizon). Sau đó cho thêm 20ml dung dịch amon xyanua vào dung dịch đệm trong phễu chiết, hút 10ml dung dịch ditizon mới (bằng pipet 10ml) cho vào phễu chiết. Lắc 1 phút để tách chì từ dung dịch đệm sang dung dịch ditizon (chú ý mở khóa để giảm áp lực trong phễu chiết). Đặt một ít bông nhỏ ở mặt dưới khóa phễu chiết. Gạn chiết từ 1 đến 2ml dung dịch ditizon đầu bỏ đi. Sau đó cho 1ml vào cu vét của máy quang phổ.

So màu ở bước sóng 510nm với dung dịch đối chứng ditizon mới pha, rồi đo tiếp mẫu trắng và mẫu chuẩn.

2.5.2. Xây dựng đường chuẩn

Dùng pipet hút 5,0; 10,0; 15,0; 25,0ml dung dịch chì chuẩn ($2\mu\text{g Pb/ml}$) vào bình gạn. Cho thêm dung dịch đệm (pH 3,4) vào cả 5 bình gạn, mỗi bình 50ml. Cộng thêm 20ml amon xyanua và 10ml dung dịch ditizon mới, như thao tác mẫu có nước mắm. Ghi mật độ quang học của từng chuẩn và vẽ đồ thị tương ứng.

2.6. Tính toán kết quả

Hàm lượng chì (X) trong nước mắm, tính bằng mg/l được tính theo công thức:

$$X = \frac{A}{S} \times \frac{100}{50}$$

trong đó:

A = lượng chì tương ứng trong đồ thị chuẩn, tính bằng microgam;

S = thể tích mẫu đem định lượng, tính bằng ml.

Chú thích: Khi cho thêm chì vào mẫu nước mắm để kiểm tra độ tin cậy của phương pháp và thao tác, phải đạt hiệu số thu hồi lớn hơn 80%.