

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 11873:2017

**MUỐI (NATRI CLORUA) - XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG ĐỒNG -
PHƯƠNG PHÁP ĐO QUANG SỬ DỤNG KẼM
DIBENZYLDITHIOCARBAMAT**

*Sodium chloride - Determination of arsenic content -
Using silver diethylthiocarbamate photometric method*

HÀ NỘI - 2017

Lời nói đầu

TCVN 11873:2017 được xây dựng trên cơ sở tham khảo tài liệu của Hiệp hội muối Châu Âu EuSalt/AS 005-2005 *Determination of Copper Zinc Dibenzylidithiocarbamate Photometric Method*;

TCVN 11873:2017 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC/F4 *Gia vị và phụ gia thực phẩm* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Muối (natri clorua) - Xác định hàm lượng đồng - Phương pháp đo quang sử dụng kẽm dibenzylthiocarbamat

Sodium chloride – Determination of copper content –

Using zinc dibenzylthiocarbamate photometric method

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp đo quang sử dụng kẽm dibenzylthiocarbamat để xác định hàm lượng đồng trong muối (natri clorua).

Phương pháp này có thể áp dụng cho các sản phẩm có chứa hàm lượng đồng (Cu) bằng hoặc lớn hơn 0,01 mg trong 1 kg muối.

2 Nguyên tắc

Hòa tan mẫu trong axit clohydric.

Chiết phức màu tạo thành từ phản ứng của đồng với kẽm dibenzylthiocarbamat trong carbon tetraclorea. Đo quang dịch chiết hữu cơ này ở bước sóng khoảng 435 nm.

Phép xác định chọn lọc trong môi trường axit, trong đó ngăn cản các chất gây nhiễu đặc biệt là sắt, mangan, niken và coban.

3 Thuốc thử

Chỉ sử dụng các thuốc thử đạt chất lượng tinh khiết phân tích và sử dụng nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

3.1 Carbon tetraclorea (CCl₄), được chưng cất lại.

LƯU Ý: Hạn chế sử dụng carbon tetraclorea do nó là một chất gây phá hủy tầng ozon.

3.2 Axit clohydric (HCl), $c_{(HCl)} \approx 2 \text{ mol/l}$

3.3 Kẽm dibenzylthiocarbamat, dung dịch 0,5 g/l trong carbon tetraclorea (3.1).

3.4 Dung dịch gốc đồng I, $\beta(\text{Cu}) = 1000 \text{ mg/l}$, dung dịch chuẩn bán trên thị trường hoặc được chuẩn bị như sau:

Hòa tan 1,000 g đồng (kim loại 99,9 %) trong hỗn hợp của 20 ml dung dịch axit nitric [$\rho \approx 1,40 \text{ g/ml}$, dung dịch 65 % (khối lượng)] và 60 ml nước. Cho vào bình định mức một vạch 1000 ml, thêm nước đến vạch và trộn.

3.5 Dung dịch gốc đồng II, $\beta(\text{Cu}) = 1 \text{ mg/l}$

Chuyển 1,00 ml dung dịch gốc đồng I (3.4) vào bình định mức một vạch 1000 ml, thêm nước đến vạch và trộn.

Chuẩn bị dung dịch này ngay trước khi sử dụng.

4 Thiết bị, dụng cụ

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

4.1 Máy đo quang phổ, hoặc

4.2 Máy đo màu, có gắn bộ lọc, đảm bảo độ truyền tối đa trong khoảng bước sóng từ 430 nm đến 440 nm.

CHÚ THÍCH: Cần nêu rõ kiểu thiết bị được sử dụng (máy đo quang phổ hoặc máy đo màu), chiều dài đường quang và bước sóng (hoặc kiểu bộ lọc) trong báo cáo thử nghiệm.

LƯU Ý: Tất cả các dụng cụ thủy tinh mới, được sử dụng để xác định hàm lượng đồng cần được rửa sạch và tráng bằng nước sau mỗi thao tác như sau:

- dùng bàn chải và chất tẩy rửa nếu thành ống có dầu mỡ,
- dùng axit loãng nitric, $c(\text{HNO}_3) \approx 7 \text{ mol/l}$.

5 Lấy mẫu

Lấy khoảng 500 g mẫu đại diện cho toàn bộ lô hàng để phân tích.

Đảm bảo trong các hoạt động lấy mẫu không bị nhiễm vết đồng, ví dụ: dính vào dụng cụ lấy mẫu.

6 Cách tiến hành

LƯU Ý: Đối với hàm lượng đồng lớn hơn 1 mg/kg muối, thì thể tích dung dịch mẫu thử (6.2) được chuyển vào phễu chiết (xem 6.5.1) được giảm đến mức sao cho lượng đồng có trong dung dịch cuối cùng nằm trong dải của Bảng 1. Thể tích dung dịch mẫu trắng (6.3) được sử dụng có thể phải giảm tương tự. Công thức tính kết quả trong Điều 7 phải được sửa đổi phù hợp.

6.1 Phần mẫu thử

Cân khoảng 100 g mẫu thử, chính xác đến 0,1 g.

6.2 Dung dịch mẫu thử

Chuyển phần mẫu thử (6.1), 350 ml nước và 50 ml axit clohydric (3.2) vào cốc có mỏ 600 ml. Đun sôi cho đến khi hòa tan hoàn toàn.

Sau khi nguội, chuyển định lượng vào bình định mức 500 ml, thêm nước đến vạch và trộn đều.

CHÚ THÍCH: Nếu dung dịch mẫu thử đục, cần lọc trước khi thu vào bình định mức 500 ml.

6.3 Dung dịch mẫu trắng

Dung dịch chứa 100 ml axit clohydric (3.2) trên lít.

6.4 Hiệu chuẩn

6.4.1 Dung dịch hiệu chuẩn

Các dung dịch này được sử dụng để đo quang trong các cuvet có chiều dài đường quang 4 cm hoặc 5 cm.

Chuyển 25 ml axit clohydric (3.2) và các lượng dung dịch gốc đồng II (3.5) như trong Bảng 1 vào một dãy năm phễu chiết 500 ml, pha loãng đến khoảng 250 ml bằng nước và trộn đều.

Bảng 1 – Chuẩn bị các dung dịch hiệu chuẩn

Dung dịch hiệu chuẩn số	Dung dịch gốc đồng II, ml	Khối lượng đồng tương ứng, µg
1 (*)	0	0
2	2,5	2,5
3	5,0	5,0
4	7,5	7,5
5	10,0	10,0

(*) dung dịch hiệu chuẩn zero.

CHÚ THÍCH: Nếu cần có thể kéo dài đường chuẩn, đường chuẩn phải tuyến tính ít nhất đến 50 µg đồng.

6.4.2 Tạo phức và chiết

Tiến hành đối với mỗi dãy năm phễu chiết như sau:

TCVN 11873:2017

- thêm 25,0 ml dung dịch kẽm dibenzylthiocarbamat (3.3) và lắc đều trong 1 min.
- sau khi tách lớp, tháo lớp hữu cơ phía dưới và lọc qua giấy lọc không thấm nước vào một cuvet.

6.4.3 Phép đo quang

Chỉnh thiết bị về độ hấp thụ zero bằng carbon tetrachlorua (3.1).

Để tránh dung môi hữu cơ bị bay hơi, thực hiện ngay các phép đo quang, sử dụng máy đo quang phổ (4.1) được cài đặt ở bước sóng có độ hấp thụ tối đa (bước sóng xấp xỉ 435 nm) hoặc sử dụng máy đo màu (4.2) có gắn bộ lọc thích hợp.

6.4.4 Dụng đường chuẩn

Lấy độ hấp thụ của từng dung dịch hiệu chuẩn trừ đi độ hấp thụ của dung dịch hiệu chuẩn zero và dựng đường chuẩn thể hiện các lượng đồng, tính bằng microgam, chứa trong các dung dịch hiệu chuẩn trên trục hoành và các độ hấp thụ đã hiệu chỉnh tương ứng trên trục tung.

Dựng lại đường chuẩn đối với mỗi dung dịch thuốc thử đo màu mới (3.3).

6.5 Xác định

6.5.1 Tạo phức và chiết

Chuyển 250 ml dung dịch mẫu thử (6.2) hoặc các dung dịch mẫu trắng (6.3) vào phễu chiết 500 ml và tiếp tục tiến hành như 6.4.2.

6.5.2 Phép đo quang

Thực hiện các phép đo quang hai dung dịch thu được trong 6.5.1 theo các hướng dẫn nêu trong 6.4.3.

7 Tính và biểu thị kết quả

Tính hàm lượng đồng của mẫu, ω_{Cu} , bằng miligam trên kilogam muối, theo Công thức sau:

$$\omega_{\text{Cu}} = \frac{m_1 - m_0}{m} \times \frac{V_1}{V_2}$$

Trong đó:

m là khối lượng của mẫu thử (6.1.), tính bằng gam (g);

m_1 là khối lượng của đồng phân tích được trong dung dịch cuối cùng 6.5.1 đối với dung dịch mẫu thử 6.2, tính bằng microgam (μg);

m_0 là khối lượng của đồng phân tích được trong dung dịch cuối cùng 6.5.1 đối với dung dịch mẫu trắng 6.3, tính bằng microgram (μg);

V_1 là thể tích của dung dịch mẫu thử 6.2, tính bằng mililit (ml);

V_2 là thể tích của dung dịch mẫu thử sử dụng trong 6.5.1, tính bằng mililit (ml).

8 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải nêu rõ:

- 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 thao tác không qui định trong tiêu chuẩn này, hoặc được xem là tùy chọn, cùng với mọi tình huống bất thường có thể ảnh hưởng đến kết quả thử nghiệm;
- kết quả thử nghiệm thu được hoặc nếu đáp ứng yêu cầu về độ lặp lại thì nêu kết quả cuối cùng thu được.

Phụ lục A

(Tham khảo)

Kết quả thống kê về độ chụm của phương pháp

Các phép phân tích do một số phòng thử nghiệm thực hiện trên bốn mẫu, mỗi phòng thử nghiệm cho các kết quả thu được từ cùng một người thực hiện hai phép phân tích trên một mẫu cho các kết quả thống kê nêu trong Bảng A.1 dưới đây:

Bảng A.1 – Các kết quả thống kê về độ chụm của phương pháp

	Muối mò	Muối kết tinh chân không	Muối biển (dạng rắn)	Muối biển (dạng lỏng)
Số lượng phòng thử nghiệm tham gia	11	13	13	13
Hàm lượng đồng trung bình, mg/kg	0,020	0,030	0,054	0,041
Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r	0,0018	0,0030	0,0083	0,0031
Độ lệch chuẩn tái lập, s_R	0,0153	0,0159	0,0258	0,0178

Mẫu muối biển dạng dung dịch cũng như mẫu muối biển dạng rắn đều được chuẩn bị giống dung dịch mẫu thử (6.2).