TCVN **TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

TCVN 11874:2017

MUỐI (NATRI CLORUA) - XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG ASEN - PHƯƠNG PHÁP ĐO QUANG SỬ DỤNG BẠC DIETYLDITHIOCARBAMAT

Sodium chloride - Determination of arsenic content - Using silver diethylithiocdrbamate photometric method

HÀ NỘI - 2017

Lời nói đầu

TCVN 11874:2017 được xây dựng trên cơ sở tham khảo tài liệu của Hiệp hội muối Châu Âu EuSalt/AS 011-2005 *Determination of Arsenic Silver Dietyldithiocarbamate Photometric Method*;

TCVN 11874:2017 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 asen- Phương pháp đo quang sử dụng bạc dietyldithiocarbamat

Sodium chloride – Determination of arsenic – Using silver diethyldithiocarbamate photometric method

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp đo quang dùng bạc dietyldithiocarbamat để xác định hàm lượng asen trong muối (natri clorua).

Phương pháp này có thể áp dụng cho các sản phẩm chứa hàm lượng asen bằng hoặc lớn hơn 0,1 mg trên kilogam muối.

2 Nguyên tắc

Hòa tan mẫu thử trong axit clohydric.

Khử asen bằng kẽm trong môi trường axit clohydric để tạo thành acsin (AsH_3) và hấp thụ acsin vào dung dịch bạc dietyldithiocarbamat trong pyridin.

Thực hiện đo quang của chất màu đỏ-tím tạo thành do bạc phân tán dạng keo ở bước sóng 540 nm.

CHÚ THÍCH: Bạc dạng keo hình thành theo phương trình sau:

$$AsH_3 + 6\ Ag(DDTC) \rightarrow 6\ Ag + 3\ H(DDTC) + As(DDTC)_3$$

CHÚ THÍCH: Các chất gây nhiễu đối với phép xác định này có thể là nitrat, nitrit, antimon, thủy ngân, crom, coban, đồng, molibden, niken, platin, bạc và các kim loại khác. Nhìn chung, các chất này thường có mặt trong muối với các nồng độ không có ảnh hưởng đến kết quả.

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.

Tất cả các thuốc thử và đặc biệt là kẽm, không được chứa asen hoặc có chứa hàm lượng asen rất thấp.

3.1 Pyridin, $\rho \approx 0{,}980$ g/ml.

CẢNH BÁO – Vì pyridin rất độc, do đó cần xử lý rất cẩn thận và thực hiện trong tủ hút được thông gió tốt.

3.2 Kẽm dạng viên, kích thước từ 3 mm đến 8 mm hoặc ở dạng khác.

CHÚ THÍCH: Khi kẽm được sử dụng không phải dạng viên thì cần đảm bảo rằng tốc độ và thời gian hóa hơi hydro đủ để giảm và khử tất cả các asen có mặt thành acsin.

3.3 Axit clohydric, $\rho \approx 1{,}19$ g/ml, 37 % khối lượng.

3.4 Dung dịch bạc dietyldithiocarbamat [Ag(DDTC)], 5 g/l trong pyridin.

Hòa tan 1 g bạc dietyldithiocarbamat trong pyridin (3.1) và pha loãng đến 200 ml bằng pyridin.

Dung dịch này có thể bền được 2 tuần, nếu được bảo quản trong chai thủy tinh tối màu đậy kín và tránh ánh sáng.

3.5 Dung dịch kali iodua, $\beta_{(KI)} \approx 100$ g/l

Bảo quản dung dịch này trong chai tối màu.

3.6 Dung dịch thiếc(II) clorua, $\beta_{(SnCl_2H_2O)} \approx 400$ g/l

Hòa tan 40 g thiếc (II) clorua ngậm 2 phân tử nước trong hỗn hợp của 25 ml nước và 75 ml axit clohydric (3.3).

3.7 Dung dịch gốc asen I, $\beta_{(As)} \approx 1000$ mg/l

Sử dụng dung dịch có bán sẵn trên thị trường hoặc được chuẩn bị như sau:

Hòa tan 1,320 g asen trioxit (As_2O_3) trong khoảng 20 ml dung dịch natri hydroxit (dung dịch 50 g/l), đựng trong bình định mức một vạch 1000 ml, thêm nước đến vạch và trộn.

3.8 Dung dịch gốc asen II, $\beta_{(As)} \approx 2{,}50$ mg/l

Chuyển 2,50 ml dung dịch gốc asen I (3.7) vào bình định mức một vạch 1000 ml, thêm nước đến vạch và trộn.

Chuẩn bị dung dịch này ngay trước khi sử dụng.

3.9 Bông sợi hấp thụ, được bão hòa bằng chì axetat

Hòa tan 20 g chì axetat ngậm 3 phân tử nước $Pb(C_2H_3O_2).3H_2O$ trong 100 ml nước. Cho bông sợi bão hòa với dung dịch này, loại dung dịch dư bằng cách rút dung dịch và làm khô sợi bông dưới chân không ở nhiệt độ phòng. Bảo quản trong chai kín khí.

4 Thiết bị, dụng cụ

LƯU Ý: Tất cả các dụng cụ thủy tinh được dùng trong phép xác định asen phải được rửa bằng axit sulfuric đậm đặc nóng, chú ý về các biện pháp phòng ngừa, sau đó tráng kỹ bằng nước và sấy khô trong tủ sấy.

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

4.1 Dụng cụ thủy tinh, có khớp nối bằng thủy tinh mài, để giải phóng và hấp thụ acsin.

Dụng cụ thích hợp được nêu trong Hình vẽ của Phụ lục C, bao gồm các bộ phận sau:

4.1.1 Bình nón, dung tích 100 ml.

4.1.2 Ống nối

4.1.3 Bình hấp thụ có 15 bầu

4.2 Máy đo quang phổ, hoặc

4.3 Máy đo màu, được gắn bộ lọc đảm bảo được độ truyền tối đa ở bước sóng từ 520 nm đến 560 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.

5 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu thử

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 asen, ví dụ: dính vào dụng cụ lấy mẫu.

6 Cách tiến hành

6.1 Phần mẫu thử

Cân khoảng 10 g mẫu thử có chứa tối đa 20 µg asen, chính xác đến 0,1 g.

Trường hợp hàm lượng asen lớn hơn 2 mg/kg muối, thì cần giảm cỡ mẫu (6.1).

6.2 Dung dịch mẫu thử

Chuyển phần mẫu thử (6.1), 50 ml nước và 10 ml axit clohydric (3.3) vào bình nón 100 ml (4.1.1).

6.3 Dung dịch mẫu trắng

Cho 50 ml nước và 10 ml axit clohydric (3.3) vào bình nón 100 ml (4.1.1).

6.4 Hiệu chuẩn

6.4.1 Dung dịch hiệu chuẩn

Các dung dịch này được dùng để đo quang trong cuvet có chiều dài đường quang 1 cm.

Chuyển các lượng dung dịch gốc asen II (3.8) như trong Bảng 1 vào một dãy sáu bình nón 100 ml (4.1.1). Thêm 10 ml axit clohydric (3.3) và lượng nước cần thiết để có khoảng 60 ml.

Bảng 1 – Chuẩn bị các dung dịch hiệu chuẩn

Dung dịch hiệu chuẩn số	Dung dịch gốc asen II ml	Hàm lượng asen tương ứng µg
1(*)	0	0
2	1,0	2,5
3	2,0	5,0
4	4,0	10,0
5	6,0	15,0
6	8,0	20,0
(*) Dung dịch hiệu chuẩn zero.		

6.4.2 Khử và hiện màu

Thực hiện với từng dụng cụ thủy tinh (4.1) như sau:

Cho một ít bông sợi hấp thụ (3.9) vào ống nối để hấp thụ hết hydro sulfua mà có thể được giải phóng với acsin (xem Hình vẽ ở Phụ lục B).

Chuyển 5,0 ml dung dịch bạc dietyldithiocarbamat (3.4) vào bình hấp thụ và nối bình với ống nối (4.1.2) bằng kẹp an toàn.

Thực hiện với bình nón như sau:

Cho 3 ml dung dịch kali iodua (3.5) và 2 ml dung dịch thiếc(II) clorua (3.6), xoay bình và để yên 15 min.

Cho 5 g kẽm (3.2), nếu cần, sử dụng phễu và lắp ngay thiết bị như trong Hình vẽ ở Phụ lục B.

Để khoảng 45 min cho phản ứng xảy ra.

Tháo bình hấp thụ, xoay bình để phân tán phần lắng có màu đỏ tạo thành và trộn đều.

Màu của dung dịch bền được khoảng 2 h khi không có ánh sáng, nhưng tốt nhất là tiến hành đo quang ngay.

6.4.3 Phép đo quang

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

Tiến hành đo quang trên máy đo quang phổ (4.2) cài đặt ở độ hấp thụ tối đa (bước sóng xấp xỉ 540 nm) hoặc dùng máy đo màu (4.3) có gắn bộ lọc thích hợp.

6.4.4 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 lượng asen, tính bằng microgam, được bổ sung vào các dung dịch hiệu chuẩn (6.4.1) trên trục hoành và độ hấp thụ đã hiệu chỉnh tương ứng trên trục tung.

6.5 Xác định

6.5.1 Khử và hiện màu

Tiến hành với dung dịch mẫu thử (6.2) và dung dịch mẫu trắng (6.3) theo quy trình đối với các dung dịch hiệu chuẩn nêu trong 6.4.2.

6.5.2 Phép đo quang mẫu thử

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

8 Tính và biểu thị kết quả

Tính hàm lượng asen trong mẫu muối, $\omega_{(As)}$, bằng miligam trên kilogam, theo Công thức sau:

$$\omega_{As} = \frac{m_1 - m_0}{m}$$

Trong đó:

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

m_1 là khối lượng của asen, có trong dung dịch mẫu thử (6.2), tính bằng microgam (µg);

m_0 là khối lượng của asen, có trong dung dịch mẫu trắng (6.3), tính bằng microgam (µg).

9 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 ba 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 như sau:

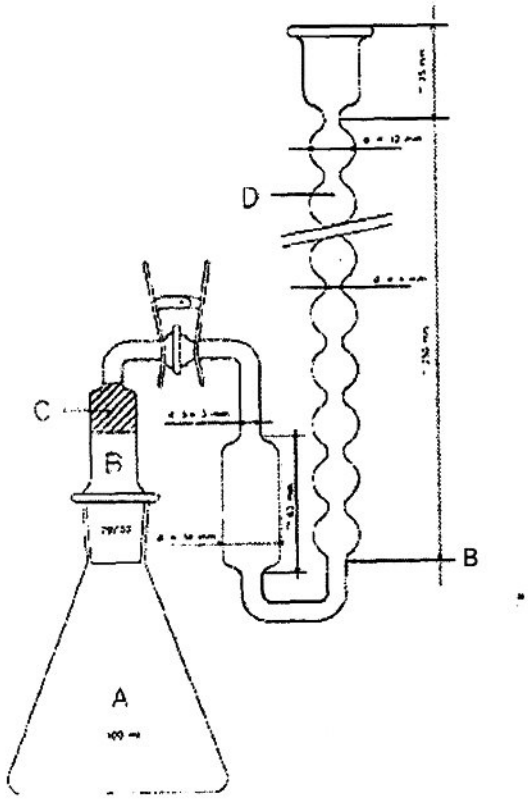
Bảng A.1 – Kết quả thống kê về độ chụm của phương pháp

	Muối mỏ	Muối kết tinh chân không	Muối biển
Số lượng phòng thử nghiệm tham gia	17	17	18
Hàm lượng asen trung bình*), mg/kg	0,005	0,007	0,024
Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r	0,0215	0,0236	0,0210
Độ lệch chuẩn tái lập, s_R	0,0340	0,0401	0,0506
*) Các giá trị trung bình thấp hơn giới hạn định lượng.			

Phụ lục B

(Tham khảo)

Hình vẽ về thiết bị



CHÚ DẪN:

A: Bình nón 100 ml

B: Ống nối

C: Bông sợi hấp thụ đã được bão hòa bằng chì axetat

D: Bình hấp thụ có 15 bầu (tổng thể tích của các bầu khoảng 14 ml)