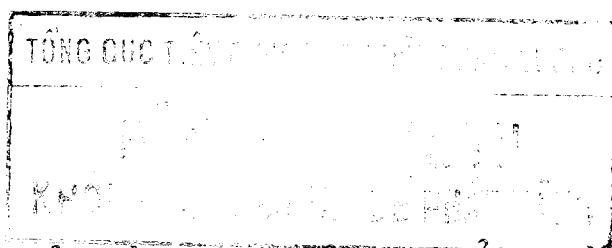


TCVN 6542 : 1999

ISO 6637 : 1984

NF V05 - 123



**RAU, QUẢ VÀ CÁC SẢN PHẨM TỪ RAU QUẢ -
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG THUYỀN NGÂN - PHƯƠNG
PHÁP QUANG PHỔ HẤP THỤ NGUYÊN TỬ
KHÔNG NGỌN LỬA**

*Fruits, vegetables and derived products - Determination of
mercury content. Flameless atomic absorption method*

Lời nói đầu

TCVN 6542 : 1999 hoàn toàn tương đương với ISO 6637 : 1984 và NF V05 - 123.

TCVN 6542 : 1999 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn TCVN/TC/F10 Rau quả và sản phẩm rau quả biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn - Đo lường - Chất lượng đề nghị và được Bộ Khoa học Công nghệ và Môi trường ban hành.

Rau, quả và các sản phẩm từ rau quả - Xác định hàm lượng thủy ngân - Phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử không ngọn lửa

*Fruits, vegetables and derived products - Determination of mercury content.
Flameless atomic absorption method*

1. Đối tượng và phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng thủy ngân trong rau, quả và sản phẩm rau quả bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử không ngọn lửa.

2. Nguyên tắc

Phân huỷ chất hữu cơ trong môi trường sunfo - nitric.

Dùng thiếc II clorua khử thủy ngân (II) thành thủy ngân kim loại, hút thủy ngân bằng một dòng không khí và định lượng bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử không ngọn lửa trong một dụng cụ kín.

3. Thuốc thử

Tất cả các thuốc thử phải thuộc loại tinh khiết phân tích và đặc biệt không chứa thủy ngân, phải sử dụng nước cất không chứa thủy ngân hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

3.1 Axít sunfuric ($\rho_{20} = 1,84$ g/ml)

TCVN 6542 : 1999

3.2 Axít nitric ($\rho_{20} = 1,38$ g/ml)

3.3 Axít nitric, dung dịch 5% (V/V)

3.4 Thiếc II clorua, dung dịch 10% (m/V)

3.5 Urê, dung dịch 40% (m/v)

3.6 Dung dịch chuẩn thuỷ ngân II clorua có 1g thuỷ ngân trong một lít.

Trong bình định mức dung tích 500 ml hoà tan 0,6768 g thuỷ ngân II clorua trong dung dịch axít nitric (3.3) và thêm chính dung dịch axít nitric (3.3) này tới vạch mức.

3.7 Dung dịch chuẩn thuỷ ngân II clorua. Pha loãng 100 μ g thuỷ ngân trong một lít được điều chế bằng cách pha loãng đến 1/10.000 (V/V) từ dung dịch chuẩn (3.6) với dung dịch axít nitric 5% (3.3) ngay trước khi sử dụng.

4. Thiết bị

Chú ý : Dụng cụ thuỷ tinh sử dụng trước tiên phải được rửa bằng axít nitric đậm đặc, nóng (70 - 80°C) và tráng lại bằng nước.

Sử dụng thiết bị thông thường của phòng thí nghiệm, và đặc biệt là :

4.1 Máy nghiền cơ học có lớp phủ bên trong và các dao nghiền bằng pôlítetra fluoroêtylen.

4.2 Thiết bị phân huỷ mẫu (xem hình 1).

Thiết bị sử dụng được làm từ thuỷ tinh bosilicat và được cấu tạo bởi ba bộ phận, khớp với nhau qua các khớp hình côn.

4.2.1 Bộ phận (A) bình kiểu Soxhlet có dung tích 200 ml, có khoá vận và một ống bên nối trực tiếp với bình cầu D.

4.2.2 Bộ phận (C) phần làm lạnh dài 35cm, được nối với đỉnh của A.

4.2.3 Bộ phận (D) bình cầu đáy tròn dung tích 500ml, được nối tiếp với phần dưới của A.

Bình cầu này (D) có một cổ thứ hai cách cổ thứ nhất 3cm, được nối qua khớp cổ với một phễu có khoá vận (B) dung tích 75ml.

Khi khoá của phần A mở, thiết bị ở tư thế hồi lưu ; khi khoá đóng, ở phần A hơi nước và các axít đậm đặc sẽ được giữ lại.

4.3 Thiết bị hấp thụ nguyên tử không ngọn lửa (hệ thống phân tích thủy ngân).

Thiết bị gồm một dụng cụ quang học và các bình định lượng (xem hình 2).

4.3.1 Dụng cụ quang học gồm một đèn hơi thủy ngân, từ đó chùm tia xuyên qua tế bào hấp thụ. Sự biến đổi năng lượng chuyển qua tế bào được đo bằng một ống quang nhạy cảm với các tia cực tím. Một thiết bị lọc đặt trước ống quang sẽ chọn lọc bức xạ 252,7nm. Thiết bị còn có một bộ phận đọc.

4.3.2 Các bình định lượng gắn với một bình lọc được nối vào một mạng khép kín, trong đó thủy ngân kim loại được giải phóng và được kéo theo dòng khí, đảm bảo sự phân tán đồng nhất của thủy ngân vào dòng khí lưu chuyển bởi một vòng tuần hoàn. Trên mạng này có đặt tế bào hấp thụ của bộ phận quang học (4.3.1).

4.4 Pipét và buret có các dung tích thích ứng

4.5 Bình định mức 100 ml

4.6 Cân phân tích

5. Cách tiến hành

5.1 Chuẩn bị mẫu thử

Đồng nhất mẫu thí nghiệm thật kỹ, nếu cần, trước tiên loại bỏ hạt và các vách cứng buồng hạt, sau đó đưa vào máy nghiền cơ học (4.1).

Các sản phẩm đông lạnh hay đông lạnh sâu phải được làm tan giá trước trong bình kín và dung dịch hình thành trong quá trình tan đông phải được gộp vào sản phẩm trước khi đồng nhất mẫu.

5.2 Tiến hành thử

5.2.1 Các sản phẩm lỏng

Dùng pipet (4.4) lấy 10ml mẫu để thử và cho vào bình cầu D (4.2.3).

Ghi chú : Cũng có thể thực hiện việc lấy mẫu thử theo khối lượng, bằng cách cân 10g mẫu thử, chính xác đến 0,01 g.

5.2.2 Sản phẩm dạng nhão, đặc, hay được sấy khô

Cân chính xác đến 0,01g, một khối lượng mẫu thử vào khoảng 5g (tính theo sản phẩm tươi) cho vào bình cầu (D) (4.2.3) và thêm 5 đến 10ml nước.

5.3 Phân huỷ mẫu

5.3.1 Phân huỷ phân mẫu thử

5.3.1.1 Cho vào vài viên bi thuỷ tinh vào bình cầu D. Nối bình cầu với bộ thiết bị (4.2). Cho vào qua phễu B, từng giọt, 5ml acid nitric (3.2). Dẫn một dòng nước chảy nhanh vào bộ phận làm lạnh C và đưa khoá của bộ Soxhlet A vào vị trí hồi lưu (chảy ngược). Đun nóng bình cầu trên ngọn lửa nhỏ, đặt xen giữa bình cầu và ngọn lửa một tấm tôn đột lỗ có đường kính khoảng 5cm, trước khi đun nóng.

Điều khiển phản ứng diễn ra từ từ để tránh làm thất thoát thuỷ ngân do việc dịch chuyển các hạt nhỏ bị lôi kéo bởi luồng hơi nitơ trong bộ phận làm lạnh. Tiếp tục tiến trình phân huỷ mẫu trong hồi lưu trong khoảng 30 phút cho tới khi thấy dung dịch phân huỷ có trạng thái đồng nhất. Nếu hỗn hợp có màu nâu, cho thêm vài giọt acid nitric qua phễu B tới khi mất màu nâu. Để nguội.

5.3.1.2 Thận trọng thêm 10ml một hỗn hợp acid nitric (3.2) và acid sulfuric (3.1) có lượng bằng nhau. Đun nhỏ lửa và trong trường hợp dung dịch ngả màu nâu thì thêm acid nitric từng giọt một, tiếp tục đun cho đến khi quan sát thấy các chất xơ đã được phân huỷ. Đóng khoá của bộ Soxhlet để giữ nước và các acid, và tiếp tục đun nóng. Dung dịch mẫu phân huỷ sẽ cô đặc lại. Nếu có màu nâu, thêm vài giọt axit nitric với lượng vừa đủ để làm sáng mẫu. Tiếp tục đun tới khi đuổi hết các hơi nitơ đậm đặc từ khối trắng phía trên dung dịch đang phân huỷ mẫu.

Ghi chú : Các chất sáp và chất béo có thể không bị phân huỷ hoàn toàn bởi các acid nóng.

5.3.1.3 Điều chỉnh nhiệt sao cho luồng hơi trắng không vượt quá nửa bộ phận làm lạnh C. Dung dịch phải không có màu hoặc vàng nhạt. Để nguội. Thận trọng rút nước và các acid thu thập được ở A vào bình cầu D bằng cách mở khoá. Thêm 5ml dung dịch ure (3.5) và đun sôi hồi lưu trong 30 phút. Để nguội.

5.3.1.4 Tháo thiết bị và đổ dịch chứa trong bình cầu D vào một bình định mức dung tích 100 ml (4.5). Tráng thật kỹ bộ phận làm lạnh C và bộ Soxhlet A 2 lần bằng 15 đến 20 ml acid nitric loãng (3.3). Rút dung dịch rửa vào bình cầu và trút vào bình định mức nói trên. Tráng thật kỹ bộ thiết bị 2 lần với 10 đến 20 ml nước và cho tiếp nước tráng này vào dung dịch đựng trong bình định mức trên. Chính bằng nước tới vạch dấu.

5.3.2 Mẫu trắng

Tiến hành cùng một thao tác như ở 5.3.1 nhưng thay mẫu thử bằng 10ml nước.

5.4 Xác định

5.4.1 Cho dung dịch vô cơ hoá vào một bình định lượng (4.3.2). Khử thuỷ ngân ở trạng thái kim loại bằng cách thêm 5 ml dung dịch clorua thiếc (II) (3.4). Nối ngay với thiết bị sục không khí và

cho chạy bơm đảm bảo dòng không khí luân chuyển.

5.4.2 Đo độ hấp thụ ở bước sóng 253,7 nm bằng thiết bị mô tả ở 4.3.1

5.4.3 Thao tác tương tự với dung dịch thử mẫu trắng (5.3.2), trừ số đo thu được từ độ hấp thụ của mẫu thử.

5.5 Dụng đồ thị chuẩn

Trong 6 bình định mức 100ml (4.5) cho 0 - 1 - 2 - 3 - 4 và 5ml dung dịch chuẩn pha loãng (3.7) tương ứng với 0 - 0,1 - 0,2 - 0,3 - 0,4 và 0,5 μ g thủy ngân. Chỉnh đến vạch mức bằng nước. Chuyển định lượng vào 6 bình định lượng (4.3.2). Tiếp tục theo cùng một thao tác đã mô tả ở 5.4.1 và 5.4.2. Vẽ đồ thị chuẩn, thí dụ hoành độ là hàm lượng thủy ngân, tính bằng micro gam, của các dung dịch chuẩn và tung độ là các giá trị tương ứng của các độ hấp thụ.

5.6 Số lần thử

Tiến hành hai lần trên cùng một mẫu thử

6. Biểu thị kết quả

6.1 Cách tính và công thức

6.1.1 Mẫu thử lấy theo thể tích

Hàm lượng thủy ngân tính bằng micro gam trong một lít sản phẩm, được tính theo công thức :

$$m \times \frac{1000}{V}$$

trong đó :

m : khối lượng thủy ngân chứa trong mẫu thử tính bằng micro gam, thu được từ đồ thị chuẩn (5.5).

V : dung tích tính theo mililit, của mẫu thử, là 10 ml

6.1.2 Mẫu thử lấy theo khối lượng

Hàm lượng thủy ngân, tính bằng micro gam cho 1 kilogam sản phẩm, được tính theo công thức :

$$m \times \frac{1000}{m_0}$$

trong đó :

m : khối lượng thủy ngân chứa trong mẫu lấy thử, tính bằng microgam, thu được từ đồ thị chuẩn (5.5).

TCVN 6542 : 1999

m_0 : khối lượng bằng gam của mẫu thử.

6.1.3 Kết quả

Kết quả là trung bình cộng của các giá trị thu được trong hai lần xác định (5.6) nếu các điều kiện lặp lại (xem 6.2) được thoả mãn

6.2 Độ lặp lại

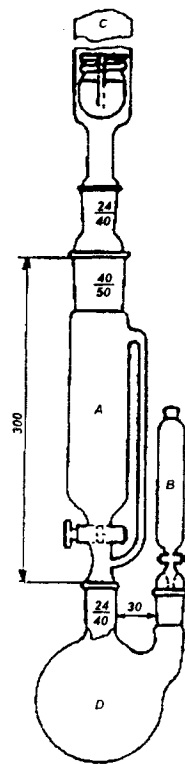
Chênh lệch giữa các kết quả của hai lần xác định song song hay liên tiếp nhau, bởi cùng một người phân tích, trên cùng một mẫu thử không được vượt quá 10% giá trị trung bình.

6.3 Biểu thị kết quả bằng cách khác

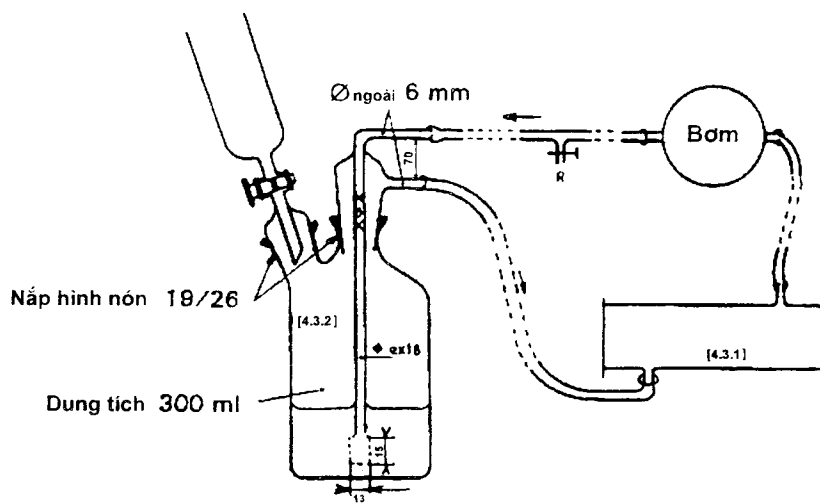
Nếu người ta muốn biểu thị hàm lượng thuỷ ngân theo chất khô thì thay đổi các tính toán một cách thích hợp.

7 Báo cáo kết quả

Báo cáo thử nghiệm phải chỉ rõ phương pháp đã dùng và kết quả đạt được. Báo cáo cũng phải đề cập đến tất cả các chi tiết thao tác không nêu ra trong tiêu chuẩn này hoặc tùy ý không bắt buộc, cũng như các sự cố có xảy ra, có tác động đến kết quả báo cáo thử nghiệm phải cho các chỉ dẫn cần thiết cho việc xác nhận mẫu đầy đủ.



Hình 1



Hình 2