

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

**TCVN 8463:2010
GS 2/3:2005**

Xuất bản lần 1

**ĐƯỜNG – XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG ASEN
TRONG ĐƯỜNG TRẮNG BẰNG PHƯƠNG PHÁP
QUANG PHỔ HẤP THỤ NGUYÊN TỬ**

*The determination of arsenic in white sugar
by atomic absorption spectroscopy*

HÀ NỘI - 2010

Lời nói đầu

TCVN 8463:2010 và TCVN 8464:2010 thay thế TCVN 7275:2003;

TCVN 8463:2010 hoàn toàn tương đương với GS 2/3-23:2005;

TCVN 8463:2010 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC/F18 Đường, sản phẩm đường và mật ong biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Đường – Xác định hàm lượng asen trong đường trắng bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử

The determination of arsenic in white sugar by atomic absorption spectroscopy method

1 Phạm vi áp dụng

Phương pháp này áp dụng cho tất cả các loại đường trắng, đường đặc biệt có chứa đến 0,3 mg/kg asen, với giới hạn dưới của phương pháp là 1 µg/kg.

2 Nguyên tắc

Mẫu được phân huỷ ướt để loại bỏ chất hữu cơ có trong mẫu. Phân tích dung dịch thu được bằng quang phổ hấp thụ nguyên tử dùng lò graphit (HGA AAS) ở bước sóng 193,7 nm đối với asen, có hiệu chỉnh nền. Đối với asen, magie nitrat được sử dụng làm chất bổ chính nền để loại bỏ các chất gây nhiễu trong giai đoạn nguyên tử hoá. Hiệu chuẩn bằng cách so sánh trực tiếp với các chất chuẩn.

3 Thuốc thử

CẢNH BÁO VÀ CHÚ Ý VỀ AN TOÀN – Những người sử dụng phương pháp này cần tuân thủ quy định quốc gia về an toàn và đảm bảo sức khỏe trước khi tiếp xúc với các thuốc thử này.

Chỉ sử dụng các thuốc thử loại tinh khiết phân tích. Sử dụng nước cất hoặc nước đã loại ion có độ dẫn điện nhỏ hơn 5 µS/cm.

3.1 Axit nitric đậm đặc, ($\rho_{20} \approx 1,42$ g/ml).

3.2 Axit nitric 50 % (phần thể tích)

Cho 50 ml axit nitric đậm đặc vào 50 ml nước cất và trộn đều.

3.3 Axit nitric 5 % (phần thể tích)

TCVN 8463:2010

Thêm 25 ml axit nitric đậm đặc vào 200 ml nước cất, trộn đều và thêm nước đến 500 ml.

3.4 Dung dịch axit sulfuric, 20 g/100 ml

Cẩn thận cho 20 g axit sulfuric đậm đặc ($\rho_{20} \approx 1,84$ g/ml) vào 40 ml nước cất, trộn đều và thêm nước đến 100 ml.

3.5 Dung dịch axit sulfuric, 1 g/100 ml

Pha loãng 5 ml dung dịch axit sulfuric 20 g/100 ml (3.4) vào 100 ml nước cất.

3.6 Dung dịch kali hydroxit, 20 g/100 ml

Hoà tan 20 g kali hydroxit trong nước cất và thêm nước đến 100 ml.

3.7 Hydro peroxit, xấp xỉ 30 g/100 ml.

3.8 Dung dịch magie nitrat, xấp xỉ 0,4 g/100 ml.

Hoà tan 2,0 g magie nitrat trong nước cất và thêm nước cất đến 500 ml.

3.9 Dung dịch gốc arsen, 1 000 mg/l

Có thể sử dụng dung dịch có bán sẵn hoặc hoà tan 1,320 g arsen oxit trong dung dịch kali hydroxit (3.6). Trung hoà bằng axit sulfuric (3.4) đến khi hết chuyển màu phenolphthalein. Pha loãng bằng dung dịch axit sulfuric 1 g/100 ml (3.5) đến 1 lit.

3.10 Axit clohydric đậm đặc ($\rho_{20} \approx 1,42$ g/ml)

3.11 Axit clohydric 50 % (phần thể tích)

Thêm 50 ml axit clohydric đậm đặc (3.10) vào 50 ml nước cất và trộn đều.

3.12 Axit clohydric 1 % (phần thể tích)

Cho 5 ml axit clohydric đậm đặc vào 200 ml nước cất, trộn đều và thêm nước đến 500 ml.

4 Thiết bị, dụng cụ

Rửa tất cả dụng cụ thủy tinh bằng dung dịch axit nitric loãng (1 ml axit nitric đậm đặc/100 ml) và tráng bằng nước cất trước khi sử dụng.

4.1 Bình nón, dung tích 100 ml, có phễu lọc nhỏ bằng thủy tinh gắn với cổ bình.

4.2 Máy quang phổ hấp thụ nguyên tử, có hiệu chỉnh nền và sử dụng độ rộng khe 0,7 nm.

4.3 Đèn catot rỗng asen hoặc đèn phóng điện không điện cực, hoạt động ở bước sóng 193,7 nm.

4.4 Thiết bị nguyên tử hoá lò graphit.

4.5 Cân phân tích, có thể đọc được đến 1 mg.

5 Cách tiến hành

5.1 Phân hủy mẫu

Cân chính xác khoảng 5,000 g mẫu, cho vào bình nón 100 ml và gắn một phễu nhỏ ở cổ. Cho thêm 10 ml axit nitric đậm đặc (3.1) vào bình và chuyển bình sang bếp điện. Trước tiên, đun nhẹ cho đến khi hết khói nâu. Lấy bình ra khỏi bếp điện và để nguội trước khi thêm 5 ml hydro peroxit (3.7). Đặt lại bình lên bếp điện và tiếp tục đun nhẹ cho đến khi khói nâu xuất hiện trở lại. Lặp lại quy trình này thêm hai lần mỗi lần dùng 5 ml dung dịch hydro peroxit, rồi tiếp tục đun nóng nhẹ cho đến khi khói nâu xuất hiện lại. Khi khói nâu xuất hiện sau lần bổ sung dung dịch thứ ba, thì tăng nhiệt độ của bếp điện và tiếp tục đun cho đến khi chất lỏng còn lại chỉ vừa phủ trên đáy bình. Lấy bình ra khỏi bếp điện, để nguội và chuyển lượng này vào bình định mức 50 ml và thêm nước cất cho đến vạch.

5.2 Chuẩn bị mẫu trắng

Chuẩn bị mẫu trắng theo cách tương tự như các dung dịch mẫu, nhưng tại bước phân huỷ không sử dụng 5 g mẫu.

5.3 Chuẩn bị dung dịch hiệu chuẩn

Chuẩn bị một dãy dung dịch chuẩn asen: 0,000 mg, 0,010 mg, 0,020 mg và 0,030 mg từ dung dịch gốc 1 000 mg/l (3.9) bằng cách pha loãng trong axit nitric loãng (3.3) như sau:

Lấy 10 ml dung dịch gốc asen nồng độ 1 000 mg/l pha loãng đến 1 000 ml để có được dung dịch asen nồng độ 10 mg/l.

Lấy 10 ml dung dịch asen nồng độ 10 mg/l pha loãng đến 1 000 ml để có được dung dịch asen nồng độ 0,1 mg/l.

Lấy 0 ml, 10 ml, 20 ml và 30 ml dung dịch asen nồng độ 0,1 mg/l pha loãng trong 100 ml để có được các dung dịch chuẩn asen với nồng độ tương ứng là: 0 mg/l, 0,010 mg/l, 0,020 mg/l và 0,030 mg/l.

5.4 Hiệu chuẩn và xác định asen

Cài đặt thời gian sấy, thời gian tro hoá, thời gian nguyên tử hoá và nhiệt độ của thiết bị theo hướng dẫn của nhà sản xuất. Tiến hành phân tích quang phổ ở bước sóng 193,7 nm với độ rộng khe là 0,7 nm.

TCVN 8463:2010

Thường sử dụng các thể tích bơm được là 30 µl mẫu (hoặc dung dịch chuẩn) cộng thêm 15 µl chất bổ chính nền magie nitrat (3.8) trong lò nguyên tử graphit (HGA).

Tiến hành mỗi phép phân tích lặp lại hai lần hoặc cho đến khi đạt được kết quả sai lệch trong khoảng 10 %. Ghi lại các diện tích pic.

Phân tích lặp lại hai lần trong HGA các dung dịch chuẩn arsen có nồng độ 0,000 mg/l, 0,010 mg/l, 0,020 mg/l và 0,030 mg/l. Ghi lại các diện tích pic và dựng đường chuẩn của trung bình diện tích pic dựa theo nồng độ. Dùng đường chuẩn này để xác định nồng độ arsen trong các dung dịch mẫu.

Phân tích các mẫu, cứ 5 mẫu cho chạy lại dung dịch chuẩn arsen nồng độ 0,020 mg/l, để chắc chắn rằng việc hiệu chuẩn đã ổn định. Nếu cho thấy sai khác quá 10 %, thì hiệu chuẩn lại và phân tích lại tất cả các mẫu kể từ lần kiểm tra trước.

6 Biểu thị kết quả

6.1 Tính toán

Để tính hàm lượng arsen, tính diện tích pic trung bình đối với từng dung dịch mẫu thử. Sử dụng giá trị này để xác định nồng độ của arsen trong dung dịch bằng cách đối chiếu với đường chuẩn trong 5.4. Nồng độ của arsen trong mẫu tính bằng miligam trên kilogam (mg/kg), được tính như sau:

$$C_m = \frac{C_1 - C_2}{m} \times V$$

Trong đó

C_1 là hàm lượng arsen có trong mẫu thử, tính bằng miligam trên lít (mg/l);

C_2 là hàm lượng arsen có trong mẫu trắng, tính bằng miligam trên lít (mg/l);

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

V là thể tích của dung dịch, tính bằng mililit (ml).

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] Proc. 22 nd Sesion ICUMSA, 1998, 112
-