

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

**TCVN 8900-1:2012; TCVN 8900-2:2012;
TCVN 8900-3:2012; TCVN 8900-4:2012;
TCVN 8900-5:2012; TCVN 8900-6:2012;
TCVN 8900-7:2012; TCVN 8900-8:2012;
TCVN 8900-9:2012; TCVN 8900-10:2012.**

Xuất bản lần 1

**TUYỂN TẬP
TIÊU CHUẨN QUỐC GIA VỀ PHỤ GIA THỰC PHẨM –
XÁC ĐỊNH CÁC THÀNH PHẦN VÔ CƠ**

HÀ NỘI – 2012

Mục lục**Trang**

- TCVN 8900-1:2012 Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 1: Hàm lượng nước (phương pháp chuẩn độ Karl Fischer). 5
- TCVN 8900-2:2012 Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 2: Hao hụt khối lượng khi sấy, hàm lượng tro, chất không tan trong nước và chất không tan trong axit. 11
- TCVN 8900-3:2012 Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 3: Hàm lượng nitơ (Phương pháp Kjeldahl). 19
- TCVN 8900-4:2012 Phụ gia thực phẩm. Xác định các thành phần vô cơ – Phần 4: Hàm lượng phosphat và phosphat mạch vòng. 25
- TCVN 8900-5:2012 Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 5: Các phép thử giới hạn. 35
- TCVN 8900-6:2012 Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 6: Định lượng antimon, bari, cadimi, crom, đồng, chì và kẽm bằng đo phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa. 53
- TCVN 8900-7:2012 Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 7: Định lượng antimon, bari, cadimi, crom, đồng, chì và kẽm bằng đo phổ phát xạ nguyên tử plasma cảm ứng cao tần (ICP-AES). 61
- TCVN 8900-8:2012 Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 8: Định lượng chì và cadimi bằng đo phổ hấp thụ nguyên tử dùng lò graphit. 67
- TCVN 8900-9:2012 Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 9: Định lượng asen và antimon bằng đo phổ hấp thụ nguyên tử hydrua hóa. 73
- TCVN 8900-10:2012 Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 10: Định lượng thủy ngân bằng đo phổ hấp thụ nguyên tử hóa hơi lạnh. 79

Lời nói đầu

TCVN 8900:2012 được xây dựng dựa trên cơ sở JECFA 2006, *Combined compendium of food additive specification, Volume 4: Analytical methods, test procedures and laboratory solutions used by and referenced in the food additive specifications.*

TCVN 8900:2012 do Cục An toàn vệ sinh thực phẩm tổ chức biên soạn, Bộ Y tế đề nghị, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Bộ tiêu chuẩn TCVN 8900, *Phụ gia thực phẩm – Xác định thành phần vô cơ* bao gồm các phần sau:

- TCVN 8900-1:2012, *Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 1: Hàm lượng nước (phương pháp chuẩn độ Karl Fischer);*
- TCVN 8900-2:2012, *Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 2: Hao hụt khối lượng khi sấy, hàm lượng tro, chất không tan trong nước và chất không tan trong axit;*
- TCVN 8900-3:2012, *Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 3: Hàm lượng nitơ (Phương pháp Kjeldahl);*
- TCVN 8900-4:2012, *Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 4: Hàm lượng phosphat và phosphat mạch vòng;*
- TCVN 8900-5:2012, *Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 5: Các phép thử giới hạn;*
- TCVN 8900-6:2012, *Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 6: Định lượng antimon, bari, cadimi, crom, đồng, chì và kẽm bằng đo phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa;*
- TCVN 8900-7:2012, *Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 7: Định lượng antimon, bari, cadimi, crom, đồng, chì và kẽm bằng đo phổ phát xạ nguyên tử plasma cảm ứng cao tần (ICP-AES);*
- TCVN 8900-8:2012, *Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 8: Định lượng chì và cadimi bằng đo phổ hấp thụ nguyên tử dùng lò graphit;*
- TCVN 8900-9:2012, *Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 9: Định lượng arsen và antimon bằng đo phổ hấp thụ nguyên tử hydrua hóa;*
- TCVN 8900-10:2012, *Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 10: Định lượng thủy ngân bằng đo phổ hấp thụ nguyên tử hóa hơi lạnh.*

Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 5: Các phép thử giới hạn

*Food additives – Determination of inorganic components –
Part 5: Limit tests*

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định các phương pháp xác định giới hạn của các thành phần vô cơ trong phụ gia thực phẩm.

2 Phương pháp thử

2.1 Quy định chung

- Chỉ sử dụng thuốc thử tinh khiết phân tích và sử dụng nước cất hoặc nước đã loại khoáng, trừ khi có quy định khác.
- Sử dụng các thiết bị, dụng cụ khác của phòng thử nghiệm thông thường và sử dụng cân có thể cân chính xác đến 0,1 mg.
- Việc lấy mẫu không được quy định trong tiêu chuẩn này. Mẫu được gửi đến phòng thử nghiệm phải là mẫu đại diện, không bị hư hỏng hoặc biến đổi trong suốt quá trình bảo quản và vận chuyển.

2.2 Phép thử giới hạn asen

2.2.1 Thuốc thử

CHÚ Ý: Tất cả các thuốc thử dùng trong phép thử giới hạn asen đều phải có hàm lượng asen thấp.

2.2.1.1 Dung dịch bạc dietyldithiocarbamat

Hòa tan 1 g bạc dietyldithiocarbamat $[(C_2H_5)_2NCSSAg]$ đã kết tinh lại trong 200 ml pyridin, thực hiện trong tủ hút khí.

TCVN 8900-5:2012

Bảo quản dung dịch này trong bình kín ở nơi tối. Dung dịch đã chuẩn bị bền được trong 1 tháng.

CHÚ THÍCH 1: Có thể chuẩn bị bạc dietyldithiocarbamat như sau: Hòa tan 1,7 g bạc nitrat trong 100 ml nước. Trong một bình khác, hòa tan 2,3 g natri dietyldithiocarbamat ngậm ba phân tử nước $[(C_2H_5)_2NCSSNa.3H_2O]$ trong 100 ml nước và lọc. Để nguội đến 15 °C, trộn hai dung dịch với nhau, vừa trộn vừa khuấy, lọc lấy kết tủa màu vàng qua phễu lọc hoặc chén lọc thủy tinh xốp có độ xốp trung bình, rửa bằng 200 ml nước lạnh.

CHÚ THÍCH 2: Đối với thuốc thử tự điều chế và thuốc thử mua sẵn, đều phải kết tinh lại như sau: Hòa tan trong pyridin mới cất, mỗi gam thuốc thử trong 100 ml dung môi và lọc. Vừa khuấy vừa thêm một lượng tương đương nước lạnh vào dung dịch pyridin. Hút lọc lấy kết tủa, rửa bằng nước lạnh và để khô trong chân không ở nhiệt độ phòng trong khoảng từ 2 h đến 3 h. Bạc dietyldithiocarbamat khô có màu vàng tinh khiết và không biến tính sau 1 tháng khi bảo quản trong lọ kín, tránh ánh sáng. Không sử dụng nếu thuốc thử bị đổi màu hoặc có mùi mạnh.

2.2.1.2 Dung dịch chuẩn asen

Cân khoảng 132,0 mg asen trioxit đã được nghiền mịn và làm khô 24 h trên chất hút ẩm thích hợp, chính xác đến 0,1 mg và hòa tan trong 5 ml dung dịch natri hydroxit (1 : 5). Thêm dung dịch axit sulfuric 10 % (khối lượng/thể tích) cho đến trung tính, rồi thêm 10 ml axit sulfuric 10 % nữa, pha loãng đến vừa đủ 1 000 ml bằng nước mới đun sôi, để nguội rồi trộn. Chuyển 10,0 ml dung dịch này vào bình định mức 1 000 ml, thêm 10 ml axit sulfuric 10 % rồi thêm nước mới đun sôi để nguội cho đến vạch và trộn.

Dùng dung dịch này trong vòng 3 ngày sau khi chuẩn bị, 1 ml dung dịch có chứa 1 µg asen (As).

2.2.1.3 Dung dịch thiếc (II) clorua

Hòa tan 40 g thiếc (II) clorua ngậm hai phân tử nước ($SnCl_2.2H_2O$) trong 100 ml axit clohydric.

Bảo quản dung dịch này trong bình thủy tinh và dùng trong vòng 3 tháng.

2.2.1.4 Dung dịch hydro peroxit, 30 %.

2.2.1.5 Dung dịch kali iodua

Dung dịch kali iodua (KI) trong nước, nồng độ 16,5 % (xấp xỉ 1 N).

Bảo quản dung dịch trong bình kín tránh ánh sáng.

2.2.1.6 Axit sulfuric đặc, 98 %.

2.2.1.7 Dung dịch axit sulfuric loãng (1 : 5).

2.2.1.8 Bông tầm chì axetat

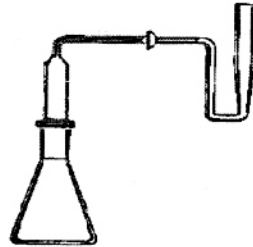
Nhúng bông (khi chuẩn bị bông và dùng bông, cần cẩn thận tránh bị nhiễm chì) trong dung dịch bão

hòa chì axetat, vắt hết phần dung dịch, làm khô trong chân không ở nhiệt độ phòng.

2.2.2 Thiết bị, dụng cụ

2.2.2.1 Thiết bị thử giới hạn asen

Sơ đồ chung của thiết bị được mô tả trong Hình 1. Thiết bị này bao gồm một bình tạo asen (asen trihydrua) có ống nối chuẩn đầu thon cỡ 24/40 gắn ống làm lạnh và ống hấp thụ nối với mao quản đường kính trong 2 mm và đường kính ngoài 8 mm thông qua khớp nối cầu-lôm, giữ bằng kẹp cỡ 12. Cũng có thể dùng thiết bị khác thay thế, nhưng phải có nguyên tắc và thiết kế chung như thiết bị đã mô tả.



Hình 1 – Thiết bị thử giới hạn asen

2.2.2.2 Máy đo phổ hoặc máy đo màu, có thể hoạt động bước sóng trong khoảng từ 535 nm đến 540 nm.

2.2.2.3 Bình phản ứng (xem Hình 2).



Hình 2 – Bình phản ứng

TCVN 8900-5:2012

2.2.3 Cách tiến hành

2.2.3.1 Chuẩn bị dung dịch mẫu thử

Chuẩn bị dung dịch mẫu thử theo quy định trong tiêu chuẩn cụ thể. Các dung dịch mẫu thử của các hợp chất hữu cơ được chuẩn bị trong bình phản ứng (2.2.2.3) theo quy trình sau, trừ khi có quy định khác.

CẢNH BÁO: Một số hợp chất khi cho than hóa bằng hydro peroxit có thể phản ứng quá mãnh liệt gây nổ. Phải luôn luôn sử dụng các biện pháp bảo hộ an toàn.

CHÚ Ý: Nếu có hợp chất chứa halogen, khi đun nóng mẫu với axit sulfuric phải đun ở nhiệt độ thấp, không được đun sôi và cẩn thận thêm peroxit trước khi hỗn hợp bắt đầu bị than hóa để tránh thất thoát asen (III).

Chuyển 1,0 g mẫu vào bình phản ứng (2.2.2.3), thêm 5 ml axit sulfuric (2.2.1.6) và một vài viên bi thủy tinh, phân hủy mẫu ở nhiệt độ không quá 120 °C trên bếp điện trong tủ hút khói đến khi bắt đầu than hóa (có thể phải thêm axit sulfuric để làm ướt hoàn toàn mẫu, nhưng tổng thể tích thêm vào không được quá 10 ml). Sau khi mẫu đã bắt đầu bị axit phân hủy, cẩn thận thêm từng giọt dung dịch hydro peroxit 30 % (2.2.1.4), để phản ứng dịu xuống rồi mới nhỏ giọt tiếp, đun nóng lại giữa các lần nhỏ giọt. Những giọt đầu tiên phải thêm rất chậm và lắc đều để tránh phản ứng xảy ra quá nhanh, nếu có sủi bọt nhiều thì phải ngừng đun nóng ngay. Lắc bình xoáy tròn để các chất không phản ứng không bị đóng bánh lên thành hoặc đóng cặn dưới đáy bình trong quá trình phân hủy mẫu. Duy trì điều kiện oxy hóa trong suốt quá trình phân hủy mẫu bằng cách thêm từng lượng nhỏ peroxit mỗi khi hỗn hợp ngả màu nâu hoặc màu tối. Tiếp tục phân hủy mẫu đến khi các chất hữu cơ bị phân hủy hoàn toàn, tăng nhiệt độ từ từ trên bếp đĩa đến khoảng từ 250 °C đến 300 °C cho đến khi khói axit sulfuric bốc lên quá nhiều và dung dịch đã chuyển thành không màu hoàn toàn, hoặc chỉ còn có màu vàng rơm rất nhạt.

Để nguội rồi cẩn thận thêm 10 ml nước, cho bay hơi lần nữa (khói của axit sulfuric sinh ra nhiều) và để nguội. Cẩn thận thêm tiếp 10 ml nước, lắc, rửa thành bình bằng vài millilit nước rồi thêm nước đến 35 ml.

Nếu không chuẩn bị dung dịch thử trong bình phản ứng thì cho vào bình cất một thể tích nhất định dung dịch được chuẩn bị trực tiếp, tương đương với 1,0 g hợp chất đã được thử và thêm nước cho đủ 35 ml.

2.2.3.2 Xác định

Thêm 20 ml dung dịch axit sulfuric loãng (2.2.1.7), 2 ml dung dịch kali iodua (2.2.1.5) và 0,5 ml dung dịch thioic (II) clorua (2.2.1.3) vào 35 ml dung dịch thử (2.2.3.2) và trộn. Để yên hỗn hợp 30 min ở nhiệt độ phòng. Nhồi hai đoạn bông tẩm chì axetat (2.2.1.8) vào ống làm sạch, để một khoảng trống giữa hai đoạn bông, bôi trơn phần tiếp giáp thủy tinh mài bằng mỡ bôi trơn khóa nếu cần và nối hệ thống ống dẫn hơi với ống hấp thụ. Cho vào ống hấp thụ 3,0 ml dung dịch dietyldithiocarbamat (2.2.1.1), thêm 3,0 g kẽm hạt vào hỗn hợp trong bình, rồi lập tức lắp ống nối vào bình. Để asen trihydrua bay lên

và tạo màu ở nhiệt độ phòng (25 ± 3) °C trong 45 min, cứ 10 min xoay bình nhẹ nhàng một lần (thêm một lượng nhỏ isopropanol vào bình cất có thể giúp tốc độ tạo khí đồng đều hơn).

Tháo ống hấp thụ khỏi bình phản ứng và bộ làm sạch và cho dung dịch bạc dietyldithiocarbamat vào cuvet đo độ hấp thụ bề dày 1 cm. Đo mật độ quang tại bước sóng hấp thụ cực đại trong khoảng từ 535 nm đến 540 nm, dùng máy đo phổ hoặc máy đo màu thích hợp (2.2.2.2), với dung dịch bạc dietyldithiocarbamat làm mẫu trắng. Mật độ quang của dung dịch thử không được lớn hơn dung dịch chuẩn được chuẩn bị như trên, nhưng thay dung dịch thử bằng 3,0 ml dung dịch chuẩn asen (2.2.1.2). Nhiệt độ phòng trong quá trình tạo asen trihydrua từ chuẩn phải được giữ ở cùng nhiệt độ với khi tiến hành làm mẫu thử ± 2 °C.

CHÚ THÍCH: Các kim loại hoặc muối kim loại như crom, coban, đồng, thủy ngân, molybden, niken, paladi và bạc có thể ảnh hưởng đến việc sinh asen trihydrua. Antimon (sinh stibin hay antimon trihydrua) là kim loại duy nhất có ảnh hưởng dương tính. Stibin tạo phức màu đỏ có hấp thụ cực đại ở 510 nm với thuốc thử bạc dietyldithiocarbamat. Tuy nhiên, độ hấp thụ của phức antimon ở bước sóng trong khoảng từ 535 nm đến 540 nm rất nhỏ nên không có ảnh hưởng đáng kể đến kết quả định lượng asen.

2.3 Phép thử giới hạn clorua

2.3.1 Thuốc thử

2.3.1.1 Dung dịch axit nitric, 10 % (khối lượng/thể tích).

2.3.1.2 Dung dịch axit clohydric, 0,01 N.

2.3.1.3 Dung dịch bạc nitrat, 0,25 N.

2.3.2 Cách tiến hành

Cho một lượng mẫu thích hợp vào ống Nessler, hòa tan mẫu trong khoảng 30 ml nước và trung hòa bằng dung dịch axit nitric 10 % (2.3.1.1) nếu dung dịch kiềm, trừ khi có quy định khác. Thêm 6 ml dung dịch axit nitric 10 % (2.3.1.1) và thêm nước đến 50 ml. Nếu mẫu thử ở dạng dung dịch, chuyển dung dịch thử này vào ống Nessler rồi thêm nước đến 50 ml.

Cho một lượng dung dịch axit clohydric 0,01 N (2.3.1.2) tương ứng vào ống Nessler khác làm ống chuẩn, thêm 6 ml axit nitric 10 % (2.3.1.1) rồi thêm nước đến 50 ml.

Nếu dung dịch thử không trong, lọc cả hai dung dịch trong cùng điều kiện. Thêm 1 ml dung dịch bạc nitrat 0,25 N (2.3.1.3) vào mỗi dung dịch, lắc kỹ, để yên 5 min, tránh ánh sáng mặt trời trực tiếp.

So sánh độ đục của hai ống theo chiều dọc hoặc theo chiều cắt ngang trên nền đen. Ống thử không được đục hơn ống chuẩn.

TCVN 8900-5:2012

2.4 Phép thử giới hạn crom

CHÚ THÍCH: Phép thử giới hạn dưới đây chỉ áp dụng để thử xem mẫu chứa hàm lượng crom nhỏ hơn hay lớn hơn 20 mg/kg. Để định lượng crom, nên sử dụng phương pháp đo phổ hấp thụ nguyên tử (AAS) (xem TCVN 8900-6:2012) hoặc phương pháp đo phổ plasma cặp đôi (ICP) (xem TCVN 8900-7:2012).

2.4.1 Thuốc thử

2.4.1.1 Dung dịch magie nitrat, 25 %.

2.4.1.2 Dung dịch axit sulfuric, 4 N.

2.4.1.3 Dung dịch kali permanganat, 0,1 N.

2.4.1.4 Dung dịch natri azua, 5 %.

2.4.1.5 Dung dịch natri dihydrophosphat, 5 M.

2.4.1.6 Dung dịch diphenyl carbazua

Hòa tan 0,125 g diphenyl carbazua $[(C_6H_5.NH.NH)_2CO]$ trong hỗn hợp gồm 25 ml axeton và 25 ml nước. Chuẩn bị dung dịch ngay trước khi sử dụng.

2.4.1.7 Dung dịch cromat chuẩn

Hòa tan 0,0566 g kali dicromat ($K_2Cr_2O_7$) trong 1 000 ml nước. Mỗi mililit dung dịch cromat chuẩn chứa 0,02 mg crom (Cr).

2.4.1.8 Dung dịch saccharoza.

2.4.2 Thiết bị, dụng cụ

2.4.2.1 Lò nung, có thể hoạt động ở 600 °C.

2.4.2.2 Nồi cách thủy.

2.4.2.3 Bình định mức, dung tích 50 ml.

2.4.2.4 Máy đo độ hấp thụ, có thể hoạt động ở bước sóng 540 nm.

2.4.2.5 Đĩa thạch anh.

2.4.3 Cách tiến hành

Cân khoảng 1,0 g mẫu vào đĩa thạch anh (2.4.2.5). Tăng nhiệt độ từ từ để than hóa mẫu. Để nguội thêm

10 ml dung dịch magie nitrat 25 % (2.4.1.1); cho bay hơi rồi đun nóng nhẹ đến khi không còn hơi nitơ oxit bay lên. Nung mẫu trong lò nung ở 600 °C (2.4.2.1) đến khi không còn hạt màu đen (khoảng 1 h).

Hòa tan cạn bằng 10 ml dung dịch axit sulfuric 4 N (2.4.1.2) và 20 ml nước. Đun nóng trên nồi cách thủy (2.4.2.2) trong 5 min.

Thêm 0,5 ml dung dịch kali permanganat 0,1 N (2.4.1.3). Thêm tiếp permanganat nếu dung dịch mất màu. Đậy mặt kính đồng hồ rồi đun trên nồi cách thủy (2.4.2.2) trong khoảng 20 min. Cứ 10 s lại thêm 1 giọt dung dịch natri azua 5 % (2.4.1.4) cho đến khi hết toàn bộ lượng kali permanganat dư (không cho dư natri azua, thường chỉ 2 giọt là đủ). Làm nguội dung dịch dưới vòi nước chảy, lọc nếu thấy có mangan dioxit (kết tủa màu đen). Chuyển dung dịch thu được vào bình định mức 50 ml (2.4.2.3). Thêm 2,5 ml dung dịch natri dihydrophosphat 5 M (2.4.1.5) và 2 ml dung dịch diphenyl carbazua (2.4.1.6), sau đó thêm nước đến vạch. Để yên 30 min rồi đo độ hấp thụ ở bước sóng 540 nm.

Dung dịch mẫu trắng chỉ có hai thuốc thử thêm vào sau, mà không có mẫu, phải là dung dịch không màu hoặc chỉ có màu tím đỏ rất nhạt.

Đồng thời với mẫu thử, thực hiện phép thử với đĩa thạch anh (2.4.2.5) thứ hai có chứa 1,00 ml dung dịch cromat chuẩn (2.4.1.7) và vài mililit dung dịch saccharoza (2.4.1.8). Tiến hành đúng như với mẫu thử và đo độ hấp thụ ở cùng một bước sóng.

Tính hàm lượng crom có trong mẫu từ các giá trị độ hấp thụ thu được.

2.5 Phép thử giới hạn flo

2.5.1 Phương pháp I – Phương pháp đo màu dùng thori nitrat

CẢNH BÁO: Khi áp dụng phương pháp này cho các hợp chất hữu cơ, phải kiểm soát nhiệt độ cẩn thận nghiêm ngặt, đảm bảo nhiệt độ luôn luôn nằm trong khoảng khuyến cáo từ 135 °C đến 145 °C để tránh khả năng bị cháy nổ.

2.5.1.1 Thuốc thử

2.5.1.1.1 Axit perchloric.

2.5.1.1.2 Dung dịch bạc nitrat, (1 : 2).

2.5.1.1.3 Dung dịch natri alizarinsulfonat, (1 : 1000), đã được lọc.

2.5.1.1.4 Dung dịch hydroxylamin hydroclorua, (1 : 4000).

2.5.1.1.5 Dung dịch natri hydroxit, 1 N hoặc 0,05 N.

TCVN 8900-5:2012

2.5.1.1.6 Dung dịch axit clohydric, 0,1 N.

2.5.1.1.7 Dung dịch thori nitrat, (1 : 4000).

2.5.1.1.8 Dung dịch natri florua

Sấy khoảng 0,5 g natri florua ở 200 °C trong 4 h. Cân chính xác 0,222 g natri florua đã sấy khô, hòa tan trong một lượng nước vừa đủ và định mức đến 100 ml. Chuyển 10,0 ml dung dịch này vào bình định mức 1 000 ml, thêm nước đến vạch và trộn.

Mỗi mililit dung dịch đã chuẩn bị tương ứng với 1 µg ion flo (F).

2.5.1.2 Thiết bị, dụng cụ

2.5.1.2.1 Bộ cất, được trang bị:

- Bình cất, dung tích 125 ml, có nhánh bên và có bẫy;
- Ống sinh hàn;
- Nhiệt kế;
- Ống mao quản.
- Phễu nhỏ giọt hoặc bộ tạo hơi nước.

2.5.1.2.2 Ống Nessler, dung tích 50 ml.

CHÚ THÍCH: Để giảm thiểu lượng flo trong mẫu trắng do flo bị hòa tan từ dụng cụ thủy tinh, nên xử lý dụng cụ thủy tinh trước khi sử dụng bằng dung dịch natri hydroxit 10 % nóng, sau đó rửa bằng nước máy và tráng bằng nước cất. Ít nhất 1 lần/ngày, xử lý thêm bằng cách đun sôi từ 15 ml đến 20 ml axit sulfuric (1:2) đến khi khói ngập đầy trong thiết bị; để nguội đổ axit đi, xử lý lại bằng dung dịch natri hydroxit 10 %, rồi tráng lại thật kỹ.

2.5.1.3 Cách tiến hành

Cho 5,0 g mẫu và 30 ml nước vào bình cất 125 ml có nhánh bên và có bẫy (2.5.1.2.1), trừ khi có quy định khác. Bình cất được nối với ống sinh hàn và có nhiệt kế và ống mao quản cùng nhúng chìm trong chất lỏng. Thêm từ từ 10 ml axit perchloric (2.5.1.1.1), vừa thêm vừa khuấy, sau đó thêm 2 giọt hoặc 3 giọt dung dịch bạc nitrat (2.5.1.1.2) và một vài viên bi thủy tinh. Nối phễu nhỏ giọt hoặc bộ tạo hơi nước với ống mao quản. Lót đáy bình bằng lưới amiang, để chứa một lỗ trống diện tích khoảng 1/3 đáy bình tiếp xúc với ngọn lửa. Cất đến khi nhiệt độ đạt khoảng 135 °C. Thêm nước qua phễu hoặc cho dòng hơi nước thông qua ống mao quản, giữ nhiệt độ luôn luôn nằm trong khoảng từ 135 °C đến 140 °C. Tiếp tục cất đến khi thu được 100 ml dịch cất (dịch cất A), rồi cất thêm khoảng 50 ml dịch cất (dịch cất B) để đảm bảo flo đã bay hơi hết.

Cho 50 ml dịch cát A vào ống Nessler 50 ml (2.5.1.2.2). Cho 50 ml nước được cất qua thiết bị trên vào ống Nessler khác tương tự để làm mẫu trắng. Thêm vào mỗi ống 0,1 ml dung dịch natri alizarinsulfonat đã được lọc (2.5.1.1.3) và 1 ml dung dịch hydroxylamin hydroclorua (2.5.1.1.4) mới chuẩn bị, lắc kỹ. Thêm vào ống đựng dịch cát từng giọt dung dịch natri hydroxit 1 N hoặc 0,05 N (2.5.1.1.5), tùy theo lượng axit bay hơi đã được cất lẫn vào, vừa thêm vừa khuấy cho đến khi màu của ống giống như màu so sánh, tức là có màu hồng nhạt. Sau đó thêm vào mỗi ống 1,0 ml dung dịch axit clohydric 0,1 N (2.5.1.1.6) và trộn. Dùng buret chia vạch đến 0,05 ml thêm từ từ dung dịch thori nitrat (2.5.1.1.7) vào ống chứa dịch cát sao cho sau khi lắc đều, màu của dung dịch chỉ chuyển thành màu hồng rất nhạt. Ghi lại thể tích dung dịch thêm vào và thêm đúng cùng thể tích vào ống so sánh rồi trộn. Dùng buret thêm vào dung dịch so sánh một lượng vừa đủ dung dịch natri florua (2.5.1.1.8) sao cho sau khi pha loãng đến cùng thể tích, màu của hai ống giống nhau. Lắc đều, để cho bọt khí bay ra hết trước khi so màu lần cuối cùng. Kiểm tra điểm kết thúc bằng cách thêm 1 giọt hoặc 2 giọt dung dịch natri florua (2.5.1.1.8) vào ống so sánh, khi đó phải có sự thay đổi màu đột ngột. Ghi lại thể tích dung dịch natri florua đã dùng.

Pha loãng dịch cát B thành 100 ml, trộn đều. Chuyển 50 ml dung dịch này vào ống Nessler, rồi làm theo quy trình như đã tiến hành với dịch cát A. Tổng thể tích dung dịch natri florua (2.5.1.1.8) dùng hết cho dịch cát A và dịch cát B không được quá 2,5 ml.

2.5.2 Phương pháp II – Phương pháp điện cực chọn lọc ion A

CẢNH BÁO: Khi áp dụng phương pháp này cho các hợp chất hữu cơ, phải kiểm soát nhiệt độ cẩn thận nghiêm ngặt, đảm bảo nhiệt độ luôn luôn nằm trong khoảng khuyến cáo từ 135 °C đến 145 °C để tránh khả năng bị cháy nổ.

2.5.2.1 Thuốc thử

2.5.2.1.1 Dung dịch đệm

Hòa tan 36 g axit xyclohexylendinitrilotetraaxetic (CDTA) trong một lượng vừa đủ natri hydroxit 1 M để được 200 ml. Chuyển 20 ml của dung dịch này (tương đương với 4 g dinatri CDTA) vào cốc có mỏ 1 000 ml chứa 500 ml nước, 57 ml axit axetic băng và 58 g natri clorua, khuấy đều cho tan. Thêm dung dịch natri hydroxit 5 M để điều chỉnh pH dung dịch đến khoảng giữa 5,0 và 5,5 rồi để nguội đến nhiệt độ phòng, thêm nước đến đủ 1 000 ml, khuấy đều.

2.5.2.1.2 Axit perchloric.

2.5.2.1.3 Dung dịch bạc nitrat, (1 : 2).

2.5.2.1.4 Dung dịch natri florua

Cân chính xác 0,222 g natri florua đã sấy khô ở 200 °C trong 4 h, hòa tan trong một lượng nước vừa

TCVN 8900-5:2012

đủ trong bình định mức 100 ml, thêm nước đến vạch và trộn.

Mỗi mililit dung dịch đã chuẩn bị tương ứng với 100 µg ion flo (F).

2.5.2.2 Thiết bị, dụng cụ

2.5.2.2.1 Bình cất, dung tích 250 ml.

CHÚ THÍCH: Để giảm thiểu lượng flo trong mẫu trắng do flo bị hòa tan từ dụng cụ thủy tinh, nên xử lý dụng cụ thủy tinh trước khi sử dụng bằng dung dịch natri hydroxit 10 % nóng, sau đó rửa bằng nước máy và tráng bằng nước cất. Ít nhất 1 lần/ngày, xử lý thêm bằng cách đun sôi từ 15 ml đến 20 ml axit sulfuric (1:2) đến khi khói ngập đầy trong thiết bị; để nguội đổ axit đi, xử lý lại bằng dung dịch natri hydroxit 10 %, rồi tráng lại thật kỹ.

2.5.2.2.2 Thiết bị điện cực chọn lọc ion, được trang bị điện cực ion flo và điện cực so sánh (hoặc điện cực flo tổ hợp).

2.5.2.3 Cách tiến hành

Cho 8,0 g mẫu thử và 20 ml nước vào bình cất 250 ml (2.5.2.2.1), cẩn thận thêm 20 ml axit perchloric (2.5.2.1.2), rồi thêm 2 giọt hoặc 3 giọt dung dịch bạc nitrat (2.5.2.1.3) và một vài viên bi thủy tinh. Cất dung dịch cho đến khi thu được khoảng 200 ml dịch cất.

Cho 25,0 ml dịch cất vào cốc có mỏ bằng nhựa 250 ml, thêm dung dịch đệm (2.5.2.1.1) đến 100 ml. Nhúng các điện cực ion flo và điện cực so sánh (hoặc điện cực flo tổ hợp) của thiết bị điện cực chọn lọc ion thích hợp (2.5.2.2.2) vào dung dịch. Chính nút hiệu chuẩn sao cho kim chỉ vào chính giữa thang logarit nồng độ, chờ đủ thời gian cho máy đạt cân bằng (khoảng 20 min), khuấy liên tục trong thời gian thiết lập cân bằng và trong cả các giai đoạn còn lại (giá trị I). Lấy 1,0 ml dung dịch natri florua (2.5.2.1.4) cho vào cốc có mỏ, để cho điện cực đạt cân bằng, ghi lại giá trị trên thang logarit nồng độ (R).

CHÚ Ý: Thực hiện theo hướng dẫn và cảnh báo của nhà sản xuất thiết bị, các yếu tố ảnh hưởng, kiểm tra và làm đầy điện cực, bổ chính nhiệt độ và cách hiệu chuẩn.

2.5.2.4 Tính kết quả

Hàm lượng flo trong mẫu thử, X, tính bằng miligam trên kilogam (mg/kg) theo công thức sau:

$$X = \frac{I \times A}{R - I} \times 100 \times \frac{200}{25 \times m}$$

Trong đó:

I là giá trị khởi đầu đọc trên thang đo trước khi thêm dung dịch natri florua;

R là giá trị đọc cuối cùng, sau khi thêm dung dịch natri florua;

A là nồng độ của dung dịch natri florua thêm vào, tính bằng microgam trên mililit ($\mu\text{g/ml}$);

m là khối lượng ban đầu của mẫu, tính bằng gam (g).

2.5.3 Phương pháp III – Phương pháp điện cực chọn lọc ion B

2.5.3.1 Thuốc thử

2.5.3.1.1 Dung dịch natri florua, nồng độ ion F là 5 $\mu\text{g/ml}$

Cân chính xác 2,210 g natri florua đã sấy khô ở 200 °C trong 4 h, chuyển vào cốc có mỏ bằng nhựa 400 ml, thêm 200 ml nước, khuấy đến khi tan hết. Chuyển toàn lượng dung dịch này vào bình định mức 1 000 ml, tráng cốc bằng nước, dồn vào bình định mức rồi thêm nước đến vạch và trộn. Bảo quản dung dịch gốc này trong bình nhựa.

Lấy 5,0 ml dung dịch gốc cho vào bình định mức 1 000 ml, thêm nước đến vạch và trộn.

Chuẩn bị dung dịch làm việc trong ngày sử dụng.

2.5.3.1.2 Dung dịch axit clohydric, 1 N.

2.5.3.1.3 Dung dịch natri xitrat, 1 M.

2.5.3.1.4 Dung dịch dinatri EDTA, 0,2 M.

2.5.3.1.5 Dung dịch natri hydroxit, 1 M.

2.5.3.2 Thiết bị, dụng cụ

2.5.3.2.1 Bình định mức, dung tích 100 ml.

2.5.3.2.2 Cốc nhựa, dung tích 125 ml.

2.5.3.2.3 Thiết bị điện cực chọn lọc ion, được trang bị điện cực so sánh.

2.5.3.3 Cách tiến hành

2.5.3.3.1 Dựng đường chuẩn

Cho vào các cốc nhựa riêng rẽ mỗi cốc 1,0; 2,0; 3,0; 5,0; 10,0 và 15,0 ml dung dịch natri florua (2.5.3.1.1), thêm 50 ml nước, 5 ml dung dịch axit clohydric 1 N (2.5.3.1.2), 10 ml dung dịch natri xitrat 1 M (2.5.3.1.3) và 10 ml dung dịch dinatri EDTA 0,2 M (2.5.3.1.4) rồi trộn. Chuyển toàn bộ lượng chứa trong từng cốc vào các bình định mức 100 ml (2.5.3.2.1) riêng rẽ, thêm nước đến vạch và trộn. Lấy 50 ml từ

TCVN 8900-5:2012

mỗi bình định mức vào từng cốc nhựa 125 ml (2.5.3.2.2) riêng rẽ và đo điện thế của mỗi dung dịch bằng điện cực chọn lọc ion thích hợp (2.5.3.2.3), dùng điện cực so sánh. Dựng đường chuẩn trên giấy vẽ đồ thị bán logarit hai chu kỳ, với thang logarit có đơn vị là $\mu\text{g F}$ trong 100 ml.

2.5.3.3.2 Xác định

Cân 1,00 g mẫu cho vào cốc thủy tinh, thêm 10 ml nước, khuấy liên tục, đồng thời thêm từ từ 20 ml dung dịch axit clohydric 1 N (2.5.3.1.2) để hòa tan mẫu. Đun nhanh trong 1 min rồi chuyển vào một cốc nhựa, làm lạnh nhanh trong nước đá. Thêm 15 ml dung dịch natri xitrat 1 M (2.5.3.1.3), 10 ml dung dịch dinatri EDTA 0,2 M (2.5.3.1.4) và trộn. Chỉnh pH về $5,5 \pm 0,1$ bằng dung dịch axit clohydric 1 N (2.5.3.1.2) hoặc natri hydroxit 1 M (2.5.3.1.5) nếu cần, rồi chuyển vào bình định mức 100 ml (2.5.3.2.1), thêm nước đến vạch và trộn. Lấy 50 ml dung dịch này cho vào cốc nhựa 125 ml (2.5.3.2.2) và đo điện thế của dung dịch này như quy định trong 2.5.3.3.1.

Dựa vào đường chuẩn, xác định hàm lượng flo trong mẫu thử, tính bằng microgam trên gam ($\mu\text{g/g}$).

2.5.4 Phương pháp IV – Phương pháp điện cực chọn lọc ion C

2.5.4.1 Thuốc thử

2.5.4.1.1 Dung dịch đệm

Hòa tan 150 g trinatri xitrat dihydrat và 10,3 g dinatri EDTA dihydrat trong 800 ml nước, điều chỉnh pH đến 8,0 bằng dung dịch natri hydroxit 50 % rồi thêm nước đến vạch.

2.5.4.1.2 Các dung dịch chuẩn florua

a) Dung dịch chuẩn florua, 1 000 mg/l

Chuyển 2,2108 g natri florua đã sấy khô ở 200 °C trong 4 h vào bình định mức 1 000 ml và hòa tan, bằng nước, thêm nước đến vạch.

Mỗi mililit dung dịch thu được chứa 1 mg florua.

b) Dung dịch chuẩn florua, 50 mg/l

Lấy 50 ml dung dịch chuẩn florua 1 000 mg/l vào bình định mức 1 000 ml, thêm nước đến vạch.

c) Dung dịch chuẩn florua, 10 mg/l

Lấy 100 ml dung dịch chuẩn florua 50 mg/l vào bình định mức 500 ml, thêm nước đến vạch.

2.5.4.1.3 Các dung dịch giới hạn florua (cho 1 g mẫu thử)

a) Dung dịch giới hạn florua, 50 mg/l (dung dịch chuẩn florua, 1 mg/l)

Lấy 50 ml dung dịch chuẩn florua 10 mg/l vào bình định mức 500 ml, thêm nước đến vạch.

b) Dung dịch giới hạn florua, 10 mg/l (dung dịch chuẩn florua, 0,2 mg/l)

Lấy 10 ml dung dịch chuẩn florua 10 mg/l vào bình định mức 500 ml, thêm nước đến vạch.

2.5.4.1.4 Các dung dịch giới hạn florua (cho 2 g mẫu thử)

a) Dung dịch giới hạn florua, 50 mg/kg (dung dịch chuẩn florua, 2 mg/l)

Lấy 100 ml dung dịch chuẩn florua 10 mg/l vào bình định mức 500 ml, thêm nước đến vạch.

b) Dung dịch giới hạn florua, 10 mg/kg (dung dịch chuẩn florua, 0,4 mg/l)

Lấy 20 ml dung dịch chuẩn florua 10 mg/l vào bình định mức 500 ml, thêm nước đến vạch.

Chú ý: Bảo quản tất cả các dung dịch chuẩn và dung dịch giới hạn trong vật chứa bằng nhựa.

2.5.4.2 Thiết bị, dụng cụ

2.5.4.2.1 Bình định mức, dung tích 100 ml.

2.5.4.2.2 Bộ điện cực chọn lọc ion, gồm điện cực ion florua và điện cực so sánh (hoặc điện cực florua tổ hợp).

2.5.4.3 Cách tiến hành

2.5.4.3.1 Chuẩn bị mẫu thử

Cân chính xác một lượng mẫu theo quy định trong tiêu chuẩn cụ thể vào bình định mức 100 ml (2.5.4.2.1), rồi hòa tan trong một lượng nước tối thiểu. Thêm 50,0 ml dung dịch đệm (2.5.4.1.1), thêm nước đến vạch và trộn.

2.5.4.3.2 Hiệu chuẩn điện cực

Lấy 50 ml dung dịch đệm (2.5.4.1.1) cho vào cốc nhựa, nhúng các điện cực ion florua và điện cực so sánh (hoặc điện cực florua tổ hợp) (2.5.4.2.2) vào cốc nhựa và khuấy. Cứ 5 min thêm lần lượt 100 µl và 1 000 µl dung dịch chuẩn florua 1 000 mg/l (2.5.4.1.2a) và đọc điện thế sau mỗi lần thêm, tính theo milivon (mV). Sự chênh lệch giữa hai lần đọc điện thế là độ dốc của điện cực florua và thường nằm trong khoảng từ 54 mV đến 60 mV ở 25 °C. Nếu sự chênh lệch không nằm trong dải này thì kiểm tra và thay

TCVN 8900-5:2012

điện cực hoặc đổi thiết bị hoặc pha lại các dung dịch, nếu cần.

2.5.4.3.3 Xác định

Cho toàn bộ mẫu vào cốc có mỏ bằng nhựa. Nhúng điện cực vào cốc, vừa khuấy vừa chờ 5 min cho dung dịch đạt cân bằng rồi mới đọc giá trị điện thế, tính theo milivon (mV). Lấy điện cực ra và tráng sạch bằng nước. Dùng pipet lấy 50 ml dung dịch đệm (2.5.4.1.1) và 50 ml dung dịch giới hạn florua (2.5.4.1.3 hoặc 2.5.4.1.4) có nồng độ thích hợp với giới hạn florua của mẫu thử, cho vào cốc nhựa. Nhúng điện cực vào cốc, để yên 3 min rồi đọc điện thế, tính theo milivon (mV). Nếu điện thế của dung dịch giới hạn florua nhỏ hơn của mẫu thử thì mẫu thử đạt yêu cầu về giới hạn florua.

2.6 Phép thử giới hạn sắt

CHÚ THÍCH: Để định lượng sắt, nên sử dụng phương pháp AAS hoặc ICP thích hợp thay cho phép thử giới hạn.

2.6.1 Thuốc thử

2.6.1.1 Dung dịch axit clohydric, đậm đặc.

2.6.1.2 Nước brom, dung dịch bão hòa

Hòa tan từ 2 ml đến 3 ml brom (Br_2) trong 100 ml nước lạnh trong chai thủy tinh có nút đậy, nút chai được bôi một lớp vaselin.

Bảo quản nước brom trong điều kiện lạnh, tránh sáng.

2.6.1.3 Amoni persulfat.

2.6.1.4 Dung dịch amoni thioxyanat (NH_4SCN), 1 N.

2.6.1.5 Dung dịch sắt chuẩn

Hòa tan 0,70 g sắt (III) amoni sulfat ngậm sáu phân tử nước $[Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O]$ trong 50 ml nước và thêm 20 ml dung dịch axit sulfuric loãng (1 : 15). Pha loãng bằng nước đến 1 000 ml và trộn kĩ. Pha loãng 10 ml dung dịch nêu trên bằng nước đến 100 ml.

Mỗi mililit dung dịch vừa chuẩn bị chứa 0,01 mg sắt (Fe).

2.6.2 Thiết bị, dụng cụ

2.6.2.1 Nồi cách thủy.

2.6.2.2 Tủ hút khói.

2.6.3 Cách tiến hành

Cân 0,5 g mẫu, chính xác đến 0,001 g, thêm vào 2 ml dung dịch axit clohydric (2.6.1.1) rồi cho bay hơi đến khô trên nồi cách thủy (2.6.2.1). Hòa tan cặn còn lại trong 2 ml dung dịch axit clohydric (2.6.1.1) và 20 ml nước, thêm vài giọt brom (2.6.1.2). Đun sôi dung dịch trong tủ hút khói (2.6.2.2) để loại brom, để nguội, thêm nước đến 25 ml, rồi thêm 50 mg amoni persulfat (2.6.1.3) và 5 ml dung dịch amoni thioxyanat (2.6.1.4). Màu đỏ tạo thành không được đậm hơn màu của dung dịch đối chiếu được chuẩn bị theo cách tương tự, thay mẫu thử bằng một lượng dung dịch chuẩn sắt (2.6.1.5) như quy định trong tiêu chuẩn cụ thể.

2.7 Phép thử giới hạn niken

CHÚ THÍCH: Để định lượng niken, nên sử dụng phương pháp AAS hoặc ICP thích hợp thay cho phép thử giới hạn.

2.7.1 Thuốc thử

2.7.1.1 Nước brom, xem 2.6.1.2.

2.7.1.2 Dung dịch axit xitric, 20 %.

2.7.1.3 Dung dịch amoniac, xấp xỉ 6 N

Pha loãng 400 ml dung dịch amoni hydroxit 28 % với lượng nước vừa đủ, trộn và thêm nước đến 1 000 ml. Dung dịch đã chuẩn bị có nồng độ amoniac (NH_3) từ 9,5 % đến 10,5 % (xấp xỉ 6 N).

2.7.1.4 Dung dịch dimetylglyoxim, 1 % trong etanol.

2.7.1.5 Dung dịch chuẩn niken

Pha loãng 1,0 ml dung dịch niken clorua 0,401 % (được chuẩn bị từ $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) trong nước thành 100,0 ml. Dung dịch đã chuẩn bị có nồng độ niken (Ni) là 10 mg/kg.

2.7.2 Cách tiến hành

Hòa tan 10 g mẫu thử trong lượng nước vừa đủ để tạo thành 20 ml, thêm 3 ml nước brom (2.7.1.1) và 2 ml dung dịch axit xitric 20 % (2.7.1.2) trộn và thêm 10 ml dung dịch amoniac (2.7.1.3) và 1 ml dung dịch dimetylglyoxim (2.7.1.4). Lắc đều, thêm nước đến 50 ml và để yên 5 min. Màu tạo thành không được đậm hơn màu của mẫu chuẩn, được chuẩn bị theo cùng cách, trong cùng một thời gian, với 1 ml dung dịch chuẩn niken (2.7.1.5) pha loãng bằng nước đến 20 ml (nồng độ niken là 0,5 mg/kg).

TCVN 8900-5:2012

2.8 Phép thử giới hạn selen

CHÚ THÍCH: Để định lượng selen, nên sử dụng phương pháp AAS thích hợp thay cho phép thử giới hạn.

2.8.1 Thuốc thử

2.8.1.1 Dung dịch 2,3-diaminonaphthalen

Hòa tan 100 mg 2,3-diaminonaphthalen ($C_{10}H_{10}N_2$) và 500 mg hydroxylamin hydroclorua ($NH_2OH.HCl$) trong lượng vừa đủ dung dịch axit clohydric 0,1 N để được 100 ml.

Dung dịch đã chuẩn bị được dùng trong ngày.

2.8.1.2 Dung dịch chuẩn selen

Chuyển 120,0 mg bột selen kim loại vào bình định mức 1 000 ml và hòa tan trong 100 ml axit nitric loãng (1 : 2), đun nóng nhẹ trên nồi cách thủy để tan thành dung dịch đồng nhất. Để nguội, thêm nước đến vạch và trộn. Chuyển 5,0 ml dung dịch này vào bình định mức 200 ml, thêm nước đến vạch và trộn. Mỗi mililit dung dịch này chứa 3 μg selen (Se).

Có thể thay thế bằng các dung dịch chuẩn selen bán sẵn, pha loãng thích hợp để thu được dung dịch 3 $\mu g/ml$.

2.8.1.3 Dung dịch axit clohydric, 2 N và 4 N.

2.8.1.4 Dung dịch amoni hydroxit.

2.8.1.5 Dung dịch amoni hydroxit loãng (1 : 2).

2.8.1.6 Hydroxylamin hydroclorua.

2.8.1.7 Cyclohexan.

2.8.2 Thiết bị, dụng cụ

2.8.2.1 Cốc có nắp, dung tích 150 ml.

2.8.2.2 Nồi cách thủy.

2.8.2.3 Tủ hút khói.

2.8.2.4 Máy đo pinô, được trang bị cuvet dày 1 cm, có thể hoạt động tại bước sóng 380 nm.

2.8.2.5 Máy làm lạnh.

2.8.3 Cách tiến hành

2.8.3.1 Chuẩn bị mẫu chuẩn

Chuyển 2,0 ml dung dịch chuẩn selen (2.8.1.2) vào cốc có mỏ 150 ml (2.8.2.1), thêm 50 ml dung dịch axit clohydric 2 N (2.8.1.3) và trộn.

2.8.3.2 Chuẩn bị mẫu thử

Chuyển một lượng mẫu quy định trong tiêu chuẩn cụ thể vào cốc có mỏ 150 ml (2.8.2.1), hòa tan trong 25 ml dung dịch axit clohydric 4 N (2.8.1.3) và lắc, nếu cần, để tạo thành dung dịch đồng nhất, đun nhẹ đến sôi và đun trên nồi cách thủy (2.8.2.2) trong 15 min. Nhấc cốc có mỏ ra khỏi bếp, thêm 25 ml nước rồi để nguội đến nhiệt độ phòng.

2.8.3.3 Xác định

Đặt các cốc có mỏ chứa mẫu chuẩn (xem 2.8.3.1) và mẫu thử (xem 2.8.3.2) vào tủ hút khói (2.8.2.3). Cẩn thận thêm 5 ml dung dịch amoni hydroxit (2.8.1.4) vào mỗi cốc và cốc thứ 3 chứa 50 ml dung dịch axit clohydric 2 N (2.8.1.3) được dùng làm mẫu trắng. Để nguội các dung dịch, chỉnh pH của từng dung dịch về $2,0 \pm 0,2$ bằng dung dịch amoni hydroxit loãng (2.8.1.5).

Thêm 200 mg hydroxylamin hydroclorua (2.8.1.6) vào mỗi cốc, lắc nhẹ để hòa tan, sau đó thêm ngay 5 ml dung dịch 2,3-diaminonaphthalen (2.8.1.1) vào mỗi bình và trộn. Đặt cốc bằng mặt kính đồng hồ, để ở nhiệt độ phòng trong 100 min. Chuyển mỗi dung dịch vào một bình gạn riêng biệt, tráng cốc bằng khoảng 10 ml nước, chiết dung dịch bằng 5,0 ml xyclohexan (2.8.1.7), lắc mạnh bình, gạn trong 2 min, để tách lớp. Loại bỏ pha nước, li tâm dịch chiết xyclohexan để loại hết nước còn lại. Đo độ hấp thụ của từng dịch chiết trong cuvet 1 cm ở bước sóng cực đại khoảng 380 nm bằng máy đo phổ thích hợp (2.8.2.4), dùng mẫu trắng để chỉnh máy về zero.

Độ hấp thụ của dịch chiết từ dung dịch thử không được lớn hơn độ hấp thụ của dịch chiết từ dung dịch chuẩn khi lượng mẫu đem thử là 200 mg hoặc không được lớn hơn 1/2 độ hấp thụ của dịch chiết từ dung dịch chuẩn khi lượng mẫu đem thử là 100 mg.

2.9 Phép thử giới hạn sulfat

2.9.1 Thuốc thử

2.9.1.1 Dung dịch axit clohydric, 10 %

Pha loãng 266 ml clohydric axit (36 %) bằng lượng nước vừa đủ đến 1 000 ml.

2.9.1.2 Dung dịch axit sulfuric, 0,01 N.

2.9.1.3 Dung dịch bari clorua, 1 N.

TCVN 8900-5:2012

2.9.2 Cách xác định

Chuyển lượng mẫu theo quy định trong tiêu chuẩn cụ thể vào ống Nessler, hòa tan bằng khoảng 30 ml nước. Nếu dung dịch thu được có tính kiềm thì trung hòa bằng dung dịch axit clohydric 10 % (2.9.1.1). Thêm 1 ml dung dịch axit clohydric 10 % (2.9.1.1) và thêm nước đến 50 ml.

Nếu mẫu thử ở dạng dung dịch thì chuyển dung dịch thử vào ống Nessler và pha loãng với nước đến 50 ml. Chuyển một thể tích dung dịch axit sulfuric 0,01 N (2.9.1.2) quy định trong tiêu chuẩn cụ thể vào ống Nessler khác để làm mẫu chuẩn, thêm 1 ml dung dịch axit clohydric 10 % (2.9.1.1) và pha loãng đến 50 ml bằng nước.

Nếu dung dịch mẫu thử không trong thì lọc cả hai dung dịch trong cùng điều kiện. Thêm 2 ml dung dịch bari clorua (2.9.1.3) vào mỗi dung dịch, lắc kỹ, để yên 10 min.

So sánh độ đục của hai dung dịch bằng cách quan sát ống Nessler từ bên cạnh và từ trên xuống trên nền đen. Độ đục của mẫu thử không được vượt quá mẫu chuẩn.

3 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ:

- a) phương pháp lấy mẫu đã sử dụng, nếu biết;
 - b) phương pháp thử đã dùng, viện dẫn tiêu chuẩn này;
 - c) kết quả thử nghiệm thu được;
 - d) tất cả các chi tiết thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này, hoặc tùy ý lựa chọn cùng với các chi tiết bất thường nào khác có thể ảnh hưởng đến kết quả;
 - e) mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu thử.
-