



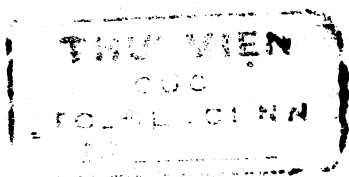
CỘNG HÒA XÃ HỘI CHỦ NGHĨA VIỆT NAM

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

THỊT VÀ SẢN PHẨM CỦA THỊT

Phương pháp xác định hàm lượng thủy ngân.

TCVN 5152-90



HA NOI

Cơ quan biên soạn: Trung tâm kiểm dịch động vật xuất  
nhập khẩu Hà Nội

Cơ quan đề nghị ban hành: Bộ Nông nghiệp và Công  
nghiệp thực phẩm

Cơ quan trình duyệt: Tổng cục Tiêu chuẩn-Đo lường-  
Chất lượng

Cơ quan xét duyệt và ban hành:

Ủy ban Khoa học Nhà nước

Quyết định ban hành số 736/QĐ ngày 31 tháng 12  
năm 1990

THỊT VÀ SẢN PHẨM CỦA THỊT	TCVN 5152-90
phương pháp xác định	
hàm lượng thủy ngân (Hg)	Khuyến khích
Meat and meat products	áp dụng
Determination of mercury	
content	

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định hàm lượng thủy ngân có trong thịt và sản phẩm của thịt dùng làm thực phẩm cho người và thức ăn gia súc.

### 1. ĐẶC TÍNH CHUNG

Thủy ngân thuộc nhóm kim loại nặng gây độc cho người và gia súc, tồn tại ở dạng nguyên tố và các muối của nó. Thủy ngân dễ bay hơi, có ở trong thịt và sản phẩm của thịt với hàm lượng rất nhỏ (lượng vết cỡ nanogam) dưới dạng các hợp chất cơ kim.

### 2. NGUYÊN TẮC

Áp dụng phép đo phổ hấp thụ nguyên tử để xác định lượng vết thủy ngân tồn dư trong thịt và sản phẩm của thịt. Trước hết, nó được tách ra khỏi mẫu vào dung dịch ở dạng muối  $Hg^{2+}$  và bằng phương pháp hoá hơi lạnh, sau đó đo phổ hấp thụ nguyên tử của nó. Nồng độ của thủy ngân được xác định theo phương pháp đường chuẩn.

### 3. LẤY MẪU

Theo TCVN 4833-89 (ST SEV 2433-80)

### 4. DỤNG CỤ, THIẾT BỊ VÀ HÓA CHẤT

4.1. Dụng cụ, thiết bị :

+ Máy phổ hấp thụ nguyên tử SP-9/800 hay loại tương đương

- + Bộ phận nguyên tử hoá lạnh cho thủy ngân (Hydridekit)
- + Đèn catốt rỗng của thủy ngân
- + Bếp cách thủy
- + Bình định mức các loại
- + Pipét các loại
- + Cốc chịu nhiệt
- + Máy khuấy từ
- + Bơm hút chân không và nén khí
- + Một số dụng cụ khác.

#### 4.2. Hoá chất :

Dùng loại tinh khiết cao 99,99% hay tinh khiết quang phổ (Specpure)

- + Axit sunfuric 98% và axit clohydric, dung dịch 1M
- + Kalipemanganat ( $KMnO_4$ ), dung dịch 6% trong nước
- + Magiêpeclorat ( $Mg(ClO_4)_2$  tinh thể (để làm khô)
- + Dung dịch khử : 100 ml axit sunfuric 98% + 600 ml nước cất + 5g natriclorua ( $NaCl$ ) + 10g hydroxylaminsunfat ( $(NH_2OH)_2H_2SO_4$ ) + 20g thiếc sunfat ( $SnSO_4$ ). Sau đó định mức bằng nước cất đến 1 lít.
- + Nước cất 2 lần.

### 5. CHUẨN BỊ THỬ

#### 5.1. Chuẩn bị mẫu phân tích :

Mẫu thịt cần phân tích được thái nhỏ, nghiền mịn, trộn đều, cân 10g (bằng cân phân tích) cho vào bình Keldan, thêm dần 10 - 15 ml axit sunfuric 98% vào và lắc trong nồi cách thủy ở nhiệt độ 50 - 60°C cho đến khi mẫu tan hết, chuyển dung dịch này sang bình định mức 50 ml và để lắng 1 giờ trong nước đá.

Thêm dần 15 ml kalipemanganat 6% vào bình vừa cho vừa lắc nhẹ, sau đó để yên 30 phút ở nhiệt độ phòng. Định mức bằng

axít clohydric 1M đến thể tích 50 ml (V). Bình đựng mẫu phân tích phải được đậy kín bằng nút nhựa PE. Mẫu ở trạng thái này có thể bảo quản 1 ngày mà không mất thủy ngân.

#### 5.2. Pha dãy chuẩn :

Dùng dung dịch gốc tiêu chuẩn của thủy ngân nồng độ 1 mg/ml, pha loãng và định mức bằng axít clohydric 1M để được dãy dung dịch có nồng độ 0,1 - 0,2 - 0,3 - 0,4 - 0,5  $\mu$ g/ml trong bình định mức 50 ml. Dãy dung dịch này pha và dùng cho từng ngày.

#### 5.3. Chuẩn bị mẫu trắng :

Đồng thời với việc chuẩn bị mẫu phân tích phải chuẩn bị thêm mẫu trắng để so sánh và bỏ chính nền. Mẫu trắng được chuẩn bị như mẫu phân tích nhưng không có mẫu phân tích.

#### 5.4. Các điều kiện thực nghiệm :

- + Vạch phổ đo của thủy ngân 273,7 nm
- + Khe đo máy AAS : 0,5 nm
- + Cường độ đèn catốt rỗng : dùng 80% giá trị cực đại
- + Thời gian đo : 5 - 10 giây
- + Các điều kiện khác chọn phù hợp với máy AAS

### 6. TIẾN HÀNH THỬ

- + Đặt các điều kiện ở mục 5.4 cho máy đo AAS
- + Lắp hệ thống nguyên tử hoá lạnh vào máy
- + Cho máy chạy không cho ổn định (15 phút)
- + Đưa mẫu vào và đo phổ hấp thụ của thủy ngân lần lượt từ mẫu chuẩn, mẫu trắng, mẫu phân tích. Mỗi mẫu đo 3 lần lấy giá trị trung bình. Kết quả là trung bình cộng của 3 lần thử đồng thời có sai lệch giá trị không vượt quá 15%. Giới hạn phát hiện của phép đo thủy ngân ở đây là 0,01  $\mu$ g/ml.

- + Hiệu chỉnh giá trị của mẫu trắng (nếu có)
- + Dụng cụ chuẩn theo hệ tọa độ D - C. Trong đó D là cường độ của vạch phổ hấp thụ của thủy ngân trong các mẫu chuẩn tương ứng với các nồng độ C của nó.
- + Xác định nồng độ Cx của thủy ngân trong mẫu theo đường chuẩn đã dựng được.

### 7. TÍNH KẾT QUẢ

Hàm lượng của thủy ngân trong mẫu phân tích được tính theo công thức sau :

$$C_0 = (C_x \cdot V \cdot F) / a \quad \text{Tính bằng } \mu\text{g/g}$$

Trong đó : a là số gam thịt cân để phân tích và định mức thành thể tích V ml (như trên V = 50 ml). F là hệ số pha loãng mẫu khi đo. Nếu không pha loãng thêm thì F = 1.

Chú thích : Nếu với lượng mẫu như đã nói ở trên mà giá trị Cx nhỏ hơn giới hạn phát hiện của phép đo thì có thể tăng giá trị a lên 2 - 3 lần nhưng lượng thuốc thử chỉ cần tăng 70 - 80% là đủ chứ không phải tăng như lượng mẫu vì như vậy sẽ quá dư.

## PHỤ LỤC

## 1. Cách pha dãy dung dịch chuẩn :

+ Dung dịch thủy ngân nồng độ 1 mg/ml : cân chính xác 1,3520g thủy ngân (II)clorua ( $HgCl_2$ ). Hoà tan bằng axit clohydric, 1M sau đó định mức bằng chính nó đến 1 lít. Dung dịch này gọi là dung dịch A và có thể bảo quản được 1 năm.

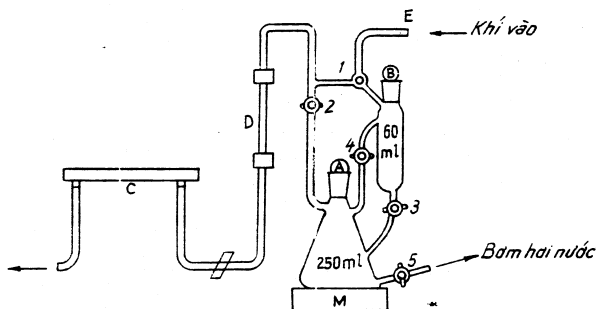
+ Dung dịch thủy ngân nồng độ 10  $\mu$ g/ml : lấy 1 ml dung dịch A pha loãng và định mức bằng axit clohydric, 1M đến 100 ml. Dung dịch này gọi là dung dịch B và có thể bảo quản trong 1 tuần.

+ Dung dịch thủy ngân nồng độ 0,1  $\mu$ g/ml : lấy 1 ml dung dịch B pha loãng và định mức bằng Axit clohydric 1M. Dung dịch này phải dùng ngay trong ngày.

## 2. Giới thiệu sơ bộ bộ phận nguyên tử hoá lạnh của thủy ngân và cách vận hành (xem sơ đồ).

Mẫu đo lần lượt được đưa vào bình A. Sau mỗi lần đo phải rửa sạch và tráng lại bằng nước cất 2 lần sau đó tráng lại lần cuối bằng dung dịch khử (nói ở mục 4.2).

Dung dịch khử được chứa trong bình B ( 30 - 50 ml). Lúc đầu các van 1, 2, 3, 4, 5 đều đóng kín. Bật máy khuấy từ M, mở khoá 3 để dung dịch khử nhỏ giọt xuống bình A. Sau 1 phút cho luồng không khí nén sạch vào qua đầu E. Mở các khoá 1, 2, 4. Do tác dụng của dung dịch khử sẽ khử ion thủy ngân thành thủy ngân nguyên tử bốc lên và nhờ luồng khí nén đưa hơi thủy ngân đi qua ống làm khô D và cuối cùng dẫn vào buồng đo C để đo phổ AAS của thủy ngân rồi đi ra ngoài.



Sơ đồ thiết bị Hydritkit thủy ngân

A, B : bình đựng chất phân tích và chất khử

C : ống chứa 2 cửa số bằng thạch anh để đo chất phân tích

D : ống làm khô bằng nhựa tổng hợp chứa đầy Magiepeclorat

M : máy khuấy từ.

Muốn đo các mẫu tiếp theo ta phải làm sạch lại hệ thống bằng cách đóng tất cả các van lại, mở nút A, B và khoá 5 ra (để hút nốt hơi thủy ngân bằng áp suất nước). Bình đựng chất phân tích A và phễu nhỏ giọt B đều phải được tráng lại bằng dung dịch khử, sau đó tráng lại bằng nước cất rồi mới đưa mẫu khác vào.