

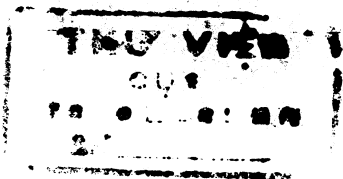


CỘNG HÒA XÃ HỘI CHỦ NGHĨA VIỆT NAM

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

THỊT VÀ SẢN PHẨM CỦA THỊT
Phương pháp xác định hàm lượng chì

TCVN 5151-90



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
Phương pháp xác định hàm lượng chì (Pb)	5151-90
Meat and meat products	
Determination of lead content	Khuyến khích!
	áp dụng

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

1. ĐẶC TÍNH CHUNG

Chì thuộc nhóm kim loại nặng gây độc cho người và gia súc, nó tồn tại ở dạng nguyên tố và các muối của nó. Đặc biệt, chì dễ tan ở nhiệt độ cao, tồn tại trong thịt và sản phẩm của thịt với hàm lượng rất nhỏ dưới dạng hợp chất cơ kim.

2. NGUYÊN TẮC

Mẫu thịt cần phân tích được tro hoá ở 550°C có chất bảo vệ là muối magiênitrat, dung dịch 2% trong nước. Sau đó hoà tan tro thu được trong axit clohydric, dung dịch 6M, đuổi axit dư, định mức đến thể tích nhất định và xác định chì trong mẫu bằng phép đo phổ hấp thụ nguyên tử. Nồng độ chì trong mẫu phân tích được phát hiện theo phương pháp đường chuẩn.

Nếu hàm lượng chì trong mẫu quá bé thì phải làm giàu bằng bằng phương pháp chiết với MIBK có mặt thuốc thử APDC rồi xác định chì trong tương hữu cơ MIBK cũng bằng phép đo AAS.

3. LẤY MẪU

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

4. DỤNG CỤ, THIẾT BỊ VÀ HOÁ CHẤT

4.1. Dụng cụ, thiết bị :

- + Máy phổ hấp thụ nguyên tử SP-9/800 hay loại tương đương
- + Lò nung loại 1.000°C
- + Bếp đun cách thủy
- + Bình định mức các loại
- + Pipét các loại
- + Cốc chịu nhiệt
- + Chén nung bằng thạch anh cỡ 100 ml
- + Phễu chiết cỡ 250 ml
- + Một số dụng cụ khác

4.2. Hoá chất :

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

- + Axít clohydric dung dịch 35% và 1%
- + Axít nitric dung dịch 65% và 1%
- + Dung dịch gốc tiêu chuẩn của chì nồng độ 1 mg/ml trong axít nitric, 1%
- + Lantanclorua (LaCl_3), dung dịch 10% trong axít clohydric 1%
- + Magiênitrat, dung dịch 2% trong nước
- + Thuốc thử APDC, dung dịch 2% trong nước (APDC : Amonium pyrolydine dithiocarbamat)
- + Dung môi hữu cơ MIBK (Methyl izo butyl keton) đã bão hoà nước
- + Natrihydroxyt, dung dịch 1% trong nước
- + 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 vào chén nung, thêm 5 ml magiênitrat 2%, khuấy đều, sấy khô, lúc đầu ở 120°C đến khô, thêm 5 ml axit nitric 1%, lại sấy khô, sau đó đưa vào lò nung. Nâng dần nhiệt độ từ 300°C đến 550°C , cứ 50 phút tăng 50°C , đến khi đạt 550°C thì giữ trong 2 giờ liên tục.

Lấy tro thu được tắm ướt bằng nước cất, thêm 8 ml axit clohydric, 6M và 5 giọt axit nitric 65%, đun nhẹ cho tan hết, làm bay hơi để đuổi axit dư, thêm 1 ml lantanclorua 10% rồi chuyển dung dịch này vào bình định mức và định mức bằng axit clohydric 1% đến thể tích 20 ml (có thể đến 10 ml). Dung dịch này dùng để xác định chì.

Nếu dung dịch mẫu trên không phát hiện được chì thì cân lượng mẫu lớn hơn và chiết để làm giàu bằng MIBK có sự có mặt của thuốc thử APDC 2% ở môi trường pH-3 để chiết chì vào tương hữu cơ, sau đó tách lấy pha hữu cơ để xác định chì. Ở đây mẫu phân tích và mẫu chuẩn phải cùng chiết vào MIBK trong cùng điều kiện thí nghiệm.

5.2. Pha dãy chuẩn :

Dùng dung dịch gốc tiêu chuẩn của chì nồng độ 1mg/ml pha loãng và định mức bằng axit clohydric 1%; tính lượng phù hợp để pha dãy chuẩn có nồng độ : 1 - 2 - 4 - 6 - 8 $\mu\text{g/ml}$ trong thể tích 25 ml như bảng dưới đây

	C1	C2	C3	C4	C5
Nền lantanclorua (%)	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
Magiênitrat %	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
Axit clohydric (%)	1	1	1	1	1
Chì ($\mu\text{g/ml}$)	1	2	4	6	8

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 bố 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 chì 283,3 nm hay 217 nm
- + Khe do máy AAS : 0,5 nm
- + Burner : loại khe dài 10 cm
- + Cường độ đèn catốt rỗng : dùng 70% giá trị cực đại
- + Hỗn hợp khí : không khí nén và axetylen 4,2/1,2
1/phút
- + Tốc độ dẫn mẫu : 5ml/phút
- + Thời gian đo : 10 giây
- + Các điều kiện khác chọn phù hợp theo máy AAS

6. TIẾN HÀNH THỬ

- + Đặt các thông số đã chọn cho máy ở mục 5.4 để đo chì
- + Cho máy chạy để ổn định (15 phút)
- + Đo phổ hấp thụ của chì lần lượt từ các mẫu chuẩn, mẫu trắng, rồi đến mẫu phân tích. Mỗi mẫu đo 3 lần. Kết quả là trung bình cộng của 3 lần thử đồng thời có sai lệch giá trị không vượt quá 15%.
- + Hiệu chỉnh giá trị của mẫu trắng (nếu có)
- + Dụng đường chuẩn theo hệ tọa độ D - C. Trong đó D là cường độ của vạch phổ hấp thụ của chì trong các mẫu chuẩn tương ứng với các nồng độ Cx của nó trong dãy chuẩn.
- + Xác định nồng độ Cx của chì theo đường chuẩn trên.

7. TÍNH KẾT QUẢ

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

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

Trong đó : a là số gam mẫu thật cân để xử lý và định mức thành thể tích V ml. (như trên V = 20 ml), F là hệ số pha loãng mẫu khi đo. Nếu không pha loãng thì F = 1.

PHỤ LỤC

1. Phần chú thích của mục 7 TCVN 5152-90.
2. Cách pha dãy dung định chuẩn của chì:

+ Dung dịch chì nồng độ mg/ml : cân 1,5980g chì nitrat ($Pb(NO_3)_2$ tinh thể, tẩm ướt bằng vài giọt axit nitric 15%, thêm 50 ml axit nitric 5%, lắc cho tan, định mức bằng nước cất đến 1 lít. Dung dịch này gọi là dung dịch A.

+ Dung dịch chì nồng độ 10 μ g/ml : lấy 1 ml dung dịch A, pha loãng và định mức bằng axit nitric 1% đến 100ml. Dung dịch này gọi là dung dịch B.

+ Dung dịch chì nồng độ 0,1 μ g/ml : lấy 1 ml dung dịch B pha loãng và định mức bằng axit nitric 1% đến 100 ml.