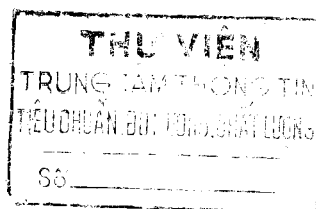


TCVN

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

TCVN 4622 - 1994

SỮA BỘT VÀ SỮA ĐẶC CÓ ĐƯỜNG
PHƯƠNG PHÁP VÔ CƠ HÓA MẪU ĐỂ XÁC ĐỊNH CHÌ (Pb) VÀ ASELEN (AS)



HÀ NỘI - 1994

Lời nói đầu

TCVN 4622 - 1994 được biên soạn dựa trên cơ sở các tiêu chuẩn sau đây :

AOAC 1984 25

ST SEV 4877 - 84

TCVN 4622 - 1994 thay thế cho 4622 - 88.

TCVN 4622 - 1994 do bộ môn hóa phân tích, Trường Đại học tổng hợp Hà nội biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn - Đo lường - Chất lượng đề nghị và được Bộ Khoa học, Công nghệ và Môi trường ban hành.

SỮA BỘT VÀ SỮA ĐẶC CÓ ĐƯỜNG

PHƯƠNG PHÁP VÔ CƠ HÓA MẪU ĐỂ XÁC ĐỊNH CHÌ (Pb) VÀ ASEN (AS)

*Powder and sweetened condensed milk**Method of mineralisation of sample for the determination**of lead and arsenic contents*

BẢN GỐC TCVN

KHÔNG ĐƯỢC CHỤP ĐỂ PHÁT HÀNH

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp vô cơ hóa mẫu để xác định Pb và As trong sữa. Tùy theo mục đích có thể chọn một trong hai phương pháp được nêu dưới đây. Tiêu chuẩn này có thể áp dụng để vô cơ hóa mẫu khi xác định các kim loại nặng khác trong các sản phẩm (trừ Hg và Mg).

1 Vô cơ hóa mẫu bằng phương pháp đốt (phương pháp trọng tài)

1.1 Nội dung phương pháp : Đốt mẫu có chất trợ đốt $Mg(NO_3)_2$ ở nhiệt độ $450 \pm 10^\circ C$. Sau đó hoà tan tro bằng dung dịch HCl.

1.2 Dụng cụ và hóa chất

- Lò nung điện có thể khống chế nhiệt độ $450 \pm 10^\circ C$.
- Bếp điện bọc kín có điều chỉnh nhiệt độ.
- Cân phân tích tải trọng 200g, chính xác đến 0,0001g.
- Bình hút ẩm có H_2SO_4 đặc.
- Bát platin, hoặc chén thạch anh hoặc chén sứ chịu nhiệt, dung tích 50 - 100ml.
- Magiê nitrat $Mg(NO_3)_2$ TKPT, dung dịch 50g/lít.
- Axit clohidric HCl, TKPT dung dịch 1:4.
- Axit nitric HNO_3 TKPT, dung dịch có $d = 1,4g/ml$.
- Nước cất 2 lần theo TCVN 2117 - 77 hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.
- Giấy lọc định lượng (không tro)
- Đũa thủy tinh đường kính 6 mm, dài 15 cm có đầu được làm tròn bằng đèn xi.

1.3 Cách thực hiện

Cân vào chén để nung khoảng 25g mẫu (chính xác đến 0,01g), thêm vào 5ml dung dịch $Mg(NO_3)_2$, nếu là sữa bột thêm nước cất vừa đủ thấm ướt bột, trộn đều bằng đũa thủy tinh, sau khi trộn đều, lau đũa bằng một nửa tờ giấy lọc không tro, cho giấy lau vào chén, làm một chụp hình nón bằng giấy lọc, có một lỗ nhỏ ở giữa $\phi 3 - 4mm$. Đậy chụp vào chén, đặt chén lên bếp điện, đun nhẹ cho đến khô, sau đó tăng nhiệt độ lên đến khoảng $300^\circ C$ cho đến khi khí ngừng thoát ra (mẫu hóa đen, nhưng nhất thiết không được bén lửa). Chuyển chén vào lò điện nguội, đặt khống chế nhiệt độ $450 \pm 10^\circ C$. Bật điện cho nhiệt độ tăng từ từ. Giữ mẫu ở nhiệt độ $450 \pm 10^\circ C$ trong 3 giờ, cứ 15 phút mở cửa lò một lần, sau đó tắt lò, để cách đêm, lấy mẫu ra khỏi lò, khi đó tro phải trắng hoàn toàn. Thêm vào chén 10ml HCl 1 : 4, 1 - 2 giọt dung dịch HNO_3 , đun nhẹ trên bếp điện (không để sôi) để hoà tan tro, chuyển hết dung dịch vào bình định mức 25 ml, rửa chén 3 lần mỗi lần bằng 3 - 4 ml nước cất, chuyển hết nước rửa vào bình định mức, làm nguội, thêm nước đến vạch. Dung dịch này dùng để xác định Pb và As (cũng như một số nguyên tố khác).

2 Phương pháp vô cơ hóa theo lối ướt trong bình Kenda

2.1 Nội dung phương pháp : Vô cơ hóa mẫu bằng hỗn hợp axit nitric, sunfuric, pecloric và hydrôpeôxít đậm đặc trong bình Kenda, đun nóng cho đến khi phân hủy hoàn toàn các chất hữu cơ.

2.2 Dụng cụ và hóa chất

- Bình Kenda 300ml
- Cân phân tích tải trọng 200g, chính xác đến 0,0001g
- Bếp điện có điều chỉnh nhiệt độ
- Bi thủy tinh \varnothing 3 - 4mm
- Axit nitric HNO_3 TKHH, $d = 1,4\text{g/ml}$.
- Axit pecloric HClO_4 TKPT, đậm đặc 70%
- Axit sunfuric H_2SO_4 TKPT, $d = 1,84\text{g/ml}$
- Hidropeôxít H_2O_2 TKPT, dung dịch đậm đặc (trên 30%)
- Nước cất 2 lần theo TCVN 2117 - 77 hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

2.3 Cách thực hiện : Cân trực tiếp vào bình Kenda khoảng 25 gam sữa (chính xác đến 0,01g) cho vào đó 2 - 3 viên bi thủy tinh. Thêm từng phần 20ml dung dịch HNO_3 vào bình, đổ lảng theo cổ để lôi kéo các phần sữa còn dính ở cổ xuống đáy bình, đun nhẹ cho đến khi hết khói nâu, lặp lại thao tác trên 1 -2 lần cho đến khi được hỗn hợp đồng nhất, có màu nâu sẫm, làm nguội, thêm 20ml HNO_3 , 2,0 ml H_2SO_4 , 2,0 ml HClO_4 , rồi đun nhẹ cẩn thận cho đến khi có khói trắng thoát ra, làm nguội, nếu hỗn hợp chưa hết màu thì thêm từng phần nhỏ H_2O_2 (khoảng 1ml mỗi lần) rồi tiếp tục đun đến khi hỗn hợp không có màu. Đun cạn cho đến khi thể tích chất lỏng còn khoảng 3 - 4ml, làm nguội hẳn hỗn hợp, thêm 10ml nước cất, lắc đều toàn bộ dung dịch, đun nhẹ cho tan kết tủa (nếu không tan hết thì lọc nóng bằng giấy lọc xộp vào bình định mức 25ml, rửa bình và giấy lọc vài lần bằng nước cất). Chuyển toàn bộ dung dịch vào bình định mức dung tích 25ml, tráng bình Kenda 2 lần mỗi lần 3 - 4 ml nước cất, gộp cả vào bình định mức, làm nguội đến nhiệt độ phòng, thêm nước cho đến vạch. Dung dịch này dùng để xác định Pb và As.

2.4 Chuẩn bị mẫu trắng

Lấy vào bình Kenda một lượng các hóa chất giống như lượng các chất đã dùng khi vô cơ hóa mẫu sữa, đun cạn cho đến khi có khói trắng thoát ra, và thể tích chất lỏng còn lại khoảng 3 - 4 ml. Làm nguội hẳn, thêm 10ml nước cất chuyển vào bình định mức 25ml, tráng bình Kenda 2 lần, mỗi lần 3 - 4ml nước cất.. Làm nguội, thêm nước cất đến vạch. Dung dịch này dùng để làm mẫu trắng. Lượng Pb hoặc As có trong mẫu trắng không được vượt quá $1\ \mu\text{g}/25\ \text{ml}$ dung dịch mẫu trắng.