

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 10915 : 2015

Xuất bản lần 1

**THỰC PHẨM – XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG KẼM –
PHƯƠNG PHÁP QUANG PHỔ HẤP THỤ NGUYÊN TỬ**

*Foodstuffs – Determination of zinc content –
Atomic absorption spectrophotometric method*

HÀ NỘI - 2015

Lời nói đầu

TCVN 10915:2015 được xây dựng trên cơ sở tham khảo AOAC 969.32
Zinc in Food. Atomic Absorption Spectrophotometric Method;

TCVN 10915:2015 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC/F13
Phương pháp phân tích và lấy mẫu biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo
lường Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Thực phẩm - Xác định hàm lượng kẽm - Phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử

Foodstuffs - Determination of zinc content -

Atomic absorption spectrophotometric method

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định hàm lượng kẽm trong thực phẩm bằng đo quang phổ hấp thụ nguyên tử (AAS).

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau là rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi (nếu có).

TCVN 4851 (ISO 3696), *Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử.*

3 Nguyên tắc

Mẫu được tro hóa khô hoặc tro hóa ướt. Tro được bổ sung axit và được pha loãng đến dải nồng độ làm việc tối ưu. Đo độ hấp thụ của dung dịch ở bước sóng 213,8 nm bằng AAS và sử dụng đường chuẩn để tính nồng độ kẽm.

4 Thuốc thử

4.1 Yêu cầu chung

Chỉ sử dụng thuốc thử loại tinh khiết phân tích và sử dụng nước cất hoặc nước ít nhất là loại 1 trong TCVN 4851 (ISO 3696), trừ khi có quy định khác.

4.2 Axit clohydric (HCl), 37 % khối lượng.

4.3 Axit clohydric (HCl), 0,1 M.

4.4 Axit sulfuric (H₂SO₄), 98 % khối lượng.

4.5 Axit sulfuric (H₂SO₄), tỷ lệ 1:9 (phần thể tích).

4.6 Axit nitric (HNO₃), 65 % khối lượng.

Kiểm tra các axit 4.2, 4.4 và 4.6 bằng đo quang phổ hấp thụ nguyên tử của dung dịch mẫu pha loãng thích hợp để chắc chắn là không có mặt kẽm. Nếu có mặt kẽm, thì tinh sạch axit nitric và axit clohydric (4.2) bằng chưng cất. Kiểm tra tiếp độ tinh sạch của thuốc thử và hiệu quả làm sạch bằng các phép xác định mẫu trắng sử dụng phương pháp tro hóa thích hợp.

4.7 Dung dịch kali hydrosulfat (KHSO₄).

4.8 Dung dịch chuẩn kẽm

4.8.1 Dung dịch chuẩn gốc kẽm, 500 µg/ml

Hòa tan 0,500 g kim loại kẽm tinh khiết trong 5 ml đến 10 ml axit clohydric (4.2). Cho bay hơi đến khô và pha loãng bằng nước đến 1 lít. Dung dịch này có thể ổn định lâu dài.

4.8.2 Dung dịch chuẩn làm việc kẽm

Pha loãng dung dịch gốc (4.8.1) bằng axit sulfuric (4.5) hoặc bằng dung dịch axit clohydric (4.3) (tùy thuộc vào phương pháp tro hóa) để thu được 5 dung dịch hoặc nhiều hơn 5 dung dịch nằm trong dải đo của thiết bị. Chuẩn bị các dung dịch chuẩn từ 0 µg/ml đến 10 µg/ml trong ngày sử dụng.

CHÚ THÍCH: Không sử dụng pipet nhỏ hơn 2 ml hoặc bình định mức nhỏ hơn 25 ml.

4.9 Axit clohydric, 10 % khối lượng.

4.10 Axit clohydric, tỷ lệ 1:1 (phần thể tích).

5 Thiết bị, dụng cụ

5.1 Yêu cầu chung

Các dụng cụ thủy tinh được sử dụng phải được tráng rửa kỹ bằng axit nitric nóng trước khi sử dụng. Nếu sử dụng các viên bi thủy tinh để tránh sôi mạnh thì cần làm sạch bằng kiềm mạnh sau đó tráng rửa lại bằng axit nitric nóng. Vì platin được sử dụng trong phòng thử nghiệm có chứa đáng kể các vết kim loại, do đó cần rửa các đĩa platin bằng dung dịch kali hydrosulphat (4.7) sau đó bằng axit clohydric (4.9).

5.2 Bình định mức, dung tích 100 ml, 1 lít.

5.3 Bình Kjeldahl, dung tích 300 ml và 500 ml.

5.4 Cân, có thể cân chính xác đến 0,1 mg.

5.5 Đĩa platin.

5.6 Pipet.

5.7 Đèn hồng ngoại.

5.8 Lò nung, có thể nung ở nhiệt độ 525 °C.

5.9 Nồi cách thủy.

5.10 Máy đo quang phổ hấp thụ nguyên tử.

5.11 Giấy lọc nhanh.

6 Cách tiến hành

6.1 Chuẩn bị dung dịch mẫu thử

Phân mẫu thử được nghiền trộn để thu được hỗn hợp đồng nhất.

6.1.1 Tro hóa ướt

Cân khoảng 10 g phần mẫu thử, chính xác đến 1 mg, chứa lượng kẽm từ 25 µg đến 100 µg, cho vào bình Kjeldahl (5.3), nếu mẫu thử ở dạng lỏng thì cho bay hơi đến một thể tích nhỏ. Dùng pipet (5.6) thêm khoảng 5 ml axit nitric (4.6) và gia nhiệt cẩn thận cho đến khi phản ứng giảm xuống. Thêm 2,0 ml axit sulfuric (4.4) và tiếp tục gia nhiệt, duy trì các điều kiện oxi hóa bằng cách thêm các lượng nhỏ axit nitric cho đến khi dung dịch mất màu.

CHÚ THÍCH Nếu thêm các lượng lớn axit nitric thì có thể làm tăng hàm lượng kẽm.

Tiếp tục làm nóng cho đến khi khói đặc của axit sulfuric phát ra và loại bỏ hết axit nitric. Để nguội, pha loãng với khoảng 20 ml nước, lọc qua giấy lọc nhanh (5.11) (đã được rửa trước) vào bình định mức 100 ml (5.2) và thêm nước đến vạch. Nếu cần, pha loãng thêm bằng dung dịch axit sulfuric (4.5) để đạt được dải làm việc của máy đo quang phổ.

6.1.2 Tro hóa khô

Cân một lượng mẫu thử dự kiến chứa khoảng từ 25 µg đến 100 µg kẽm, chính xác đến 1 mg, cho vào đĩa platin (5.5) sạch. Đốt thành than phần mẫu thử dưới đèn hồng ngoại (5.7) và nung trong lò nung

(5.8) ở nhiệt độ nhỏ hơn hoặc bằng 525 °C đến khi hết cacbon. (Nâng nhiệt độ của lò nung từ từ đến 525 °C để tránh đánh lửa).

Đẩy đĩa đựng tro bằng mặt kính đồng hồ và hòa tan tro bằng lượng axit clohydric (4.10) nhỏ nhất. Thêm khoảng 20 ml nước và cho bay hơi đến gần khô trên nồi cách thủy (5.9). Thêm 20 ml axit clohydric (4.3) và tiếp tục gia nhiệt khoảng 5 min. Lọc qua giấy lọc nhanh (5.11) vào bình định mức 100 ml (5.2). Rửa đĩa và phễu lọc với các lượng từ 5 ml đến 10 ml axit clohydric (4.3), để nguội và pha loãng bằng axit clohydric đến vạch. Nếu cần, pha loãng tiếp bằng axit clohydric để thu được dải làm việc của thiết bị.

6.2 Xác định

Cài đặt thiết bị (5.10) đến các điều kiện tối ưu theo hướng dẫn của nhà sản xuất.

Xác định độ hấp thụ, A , của dung dịch tro hóa hoặc dung dịch pha loãng (6.1.1 hoặc 6.1.2), lấy nhiều hơn 2 số đọc (trước và sau số đọc mẫu thử). Dập tắt đầu đốt và rửa bằng nước, kiểm tra điểm 0 giữa các số đọc.

6.3 Dụng cụ chuẩn

Xác định độ hấp thụ của các dung dịch chuẩn làm việc kẽm (4.8.2). Dụng cụ chuẩn từ độ hấp thụ xác định được và nồng độ tương ứng của các dung dịch này.

7 Tính kết quả

Xác định hàm lượng kẽm, X , có trong mẫu thử, tính bằng miligam trên kilogam, sử dụng Công thức (1):

$$X = \frac{a \times V \times f}{m} \quad (1)$$

Trong đó:

a là nồng độ kẽm trong dung dịch mẫu thử đã tro hóa hoặc trong dung dịch pha loãng thích hợp thu được từ đường chuẩn theo độ hấp thụ A (6.3), tính bằng microgam trên mililit ($\mu\text{g/ml}$);

V là thể tích dung dịch thu được từ mẫu thử đã tro hóa, tính bằng mililit (ml) (ở đây, $V = 100$ ml);

f là hệ số pha loãng của dung dịch mẫu thử pha loãng đã tro hóa, (trong trường hợp không pha loãng thì $f = 1$);

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

8 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải bao gồm:

- a) mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu thử;
 - b) phương pháp lấy mẫu đã sử dụng, nếu biết;
 - c) phương pháp thử đã sử dụng, viện dẫn tiêu chuẩn này;
 - d) kết quả và đơn vị biểu thị kết quả;
 - e) mọi chi tiết thao tác không được quy định trong tiêu chuẩn này hoặc những điều được coi là tùy chọn có thể ảnh hưởng đến kết quả.
-