

Lời nói đầu

Xuất bản lần 1

TCVN 7811-3:2007 hoàn toàn tương đương với ISO 6636-3:1983;

TCVN 7811-3:2007 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn TCVN/TC/F10 Rau quả và sản phẩm rau quả biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Bộ tiêu chuẩn ISO 6636 gồm có 3 phần và đã được chấp nhận thành các TCVN sau đây:

- TCVN 7811-1:2007 (ISO 6636-1:1986) Rau, quả và các sản phẩm rau, quả – Xác định hàm lượng kẽm – Phần 1: Phương pháp phân tích cực phổ;
- TCVN 5487-91 (ISO 6636-2:1981) Rau quả và sản phẩm chế biến – Xác định hàm lượng kẽm;
- TCVN 7811-3:2007 (ISO 6636-3:1983) Rau, quả và các sản phẩm rau, quả – Xác định hàm lượng kẽm – Phần 3: Phương pháp đo phổ dithizon.

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng kẽm trong rau, quả và sản phẩm rau quả bằng đo phổ dithizon.

Rau, quả và sản phẩm rau, quả – Xác định hàm lượng kẽm –

Phần 3: Phương pháp đo phổ dithizon

Fruit and vegetable products – Determination of zinc content –

Part 3: Dithizone spectrometric method

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định hàm lượng kẽm trong rau, quả và sản phẩm rau quả bằng đo phổ dithizon.

2 Tài liệu viện dẫn

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

ISO 5515, Fruits, vegetables and derived products – Decomposition of organic matter prior to analysis – Wet method (Rau, quả và sản phẩm rau, quả – Phân hủy thành phần hữu cơ trước khi phân tích – Phương pháp ướt).

3 Nguyên tắc

Phân hủy các chất hữu cơ, trung hòa dung dịch thu được và bổ sung dung dịch dithizon (1,5-diphenylthiocarbazon). Tách chiết phức kẽm tạo thành với clorofom và đo phổ hấp thụ của dịch chiết ở bước sóng 538 nm.

4 Thuốc thử

Tất cả các thuốc thử được sử dụng phải là loại phân tích và đặc biệt không chứa kẽm, trừ những dung dịch chuẩn kẽm (4.8 và 4.9). Nước được sử dụng phải là nước cất hai lần hay ít nhất là nước có độ tinh khiết tương đương.

4.1 Dung dịch axit sulfuric, 25 % (theo thể tích).

4.2 Dung dịch amoniac, 25 % (theo khối lượng).

4.3 Đỏ phenol, dung dịch chỉ thị.

Hòa tan hoàn toàn 0,1 g phenolsulfonephthalein trong 2,85 ml dung dịch natri hydroxit nồng độ 0,1 mol/l, dùng nước pha loãng đến 100 ml.

4.4 Dung dịch natri axetat ngậm ba phân tử nước, nồng độ 100 g/l.

4.5 Dung dịch natri thiosulfat, nồng độ 250 g/l.

4.6 Axit clohydric, đậm đặc, $\rho_{20} = 1,19$ g/ml.

4.7 Clorofom.

4.8 Kẽm, dung dịch chuẩn nồng độ 500 μg kẽm trên mililít.

Hòa tan hoàn toàn 0,500 g kẽm tinh khiết dạng hạt trong 20 ml dung dịch axit clohydric đậm đặc (4.6) đựng trong bình định mức 1 000 ml, thêm nước cho đến vạch.

4.9 Kẽm, dung dịch chuẩn nồng độ 5 μg kẽm trên mililít.

Pha loãng 10 ml dung dịch chuẩn kẽm (4.8) bằng dung dịch axit clohydric nồng độ 0,04 mol/l (4.10) trong bình định mức 1 000 ml cho đến vạch.

Chuẩn bị dung dịch này tại thời điểm cần sử dụng.

4.10 Dung dịch axit clohydric, nồng độ 0,04 mol/l.

4.11 Dung dịch 1,5-diphenylthiocarbazon (dithizon).

Hòa tan hoàn toàn 0,2 g dithizon trong 100 ml clorofom (4.7).

4.12 Dung dịch tách chiết 1,5-diphenylthiocarbazon (dithizon).

Pha loãng 1,0 ml dung dịch dithizon (4.11) đến 100 ml bằng clorofom (4.7).

5 Thiết bị, dụng cụ

CHÚ THÍCH Thiết bị không sạch có thể dẫn đến sai lệch kết quả trong phép thử trắng, do đó các thiết bị và dụng cụ sử dụng cần được rửa bằng dung dịch dithizon.

Sử dụng các thiết bị, dụng cụ phòng thử nghiệm thông thường và cụ thể như sau:

5.1 Bình định mức, dung tích 15 ml, 50 ml, 100 ml, 500 ml và 1 000 ml.

5.2 Phễu chiết, dung tích 250 ml.

5.3 Máy đo phổ, có khả năng đo ở bước sóng 538 nm với cuvet có chiều dài đường quang 1 cm.

6 Cách tiến hành

6.1 Chuẩn bị mẫu thử

Đồng hóa mẫu kỹ trước khi lấy phần mẫu thử. Đối với mẫu đông lạnh hoặc đông lạnh sâu, thì tiến hành làm tan băng trong bình kín và trộn phần dịch lỏng tan ra với sản phẩm rồi đồng hóa.

6.2 Phần mẫu thử

Cân từ 5 g đến 10 g mẫu thử (6.1), chính xác đến 0,01 g, tùy theo hàm lượng kẽm dự kiến.

6.3 Phá hủy thành phần hữu cơ

Tiến hành theo như đã quy định trong ISO 5515.

CHÚ THÍCH Nghiền và sàng mẫu, trong những thiết bị không có hợp kim kẽm và/hoặc đồng trước khi tiến hành phá hủy thành phần hữu cơ, nếu cần.

6.4 Phương pháp xác định

Tùy theo hàm lượng kẽm dự kiến, pha loãng dung dịch thu được (xem 6.3) đến 50 ml hoặc 100 ml trong bình định mức. Lấy từ 1 ml đến 10 ml dung dịch này cho vào một trong phễu chiết (5.2) và dùng nước pha loãng đến 20 ml.

Tiến hành thực hiện các bước sau đây trong ánh sáng dịu.

Thêm 2 giọt chỉ thị đỏ phenol (4.3) và kiểm hóa dung dịch này bằng cách bổ sung dung dịch amoniac (4.2) cho đến khi màu của dung dịch chuyển từ màu vàng sang màu đỏ (pH 7,8 đến 8,3). Làm nguội dung dịch dưới dòng nước, thỉnh thoảng nới lỏng van và thay thế van của phễu chiết.

Thêm vào dung dịch đã nguội 1 ml dung dịch natri thiosulfat (4.5) và 15 ml dung dịch natri axetat (4.4). Thêm từng giọt 3 ml dung dịch tách chiết dithizon (4.12). Lắc mạnh trong vòng 3 min sau khi bổ sung dithizon.

Để cho dung dịch tách pha. Khi pha hữu cơ có màu trắng là quá trình tách chiết đã hoàn thành. Nếu pha hữu cơ có màu đỏ, tiếp tục thêm vào từng giọt dung dịch tách chiết dithizon cho đến khi pha hữu cơ chuyển sang màu trắng. Lắc mạnh trong vòng 3 min. Để cho tách pha tiếp.

CHÚ THÍCH Nếu một lượng lớn dung dịch tách chiết dithizon cho vào cùng một lúc thì pha hữu cơ sẽ có màu xanh, khi đó mẫu không còn sử dụng được nữa.

Thu hồi pha hữu cơ vào một bình định mức 15 ml khô, dùng clorofom (4.7) pha loãng đến vạch và hòa trộn kỹ.

Đo độ hấp thụ của dung dịch bằng máy đo phổ (5.3) tại bước sóng 538 nm, sử dụng ánh sáng có dải sóng hẹp, ánh sáng suy giảm và clorofom tinh khiết để làm chất lỏng so sánh.

CHÚ THÍCH Nếu trong dung dịch mẫu đã xử lý có chứa ít hơn 5 μg kẽm, có thể bỏ qua công đoạn pha loãng như đã mô tả trong đoạn thứ nhất của 6.4. Tuy nhiên điều này cần phải tính đến khi xây dựng đồ thị đường chuẩn.

6.5 Phép thử trắng

Thực hiện đồng thời trong mỗi lượt xác định bằng cách thay thế dung dịch mẫu đã xử lý bằng 10 ml dung dịch axit sulfuric (4.1) và tiến hành tương tự như đã mô tả trong 6.4.

6.6 Dụng đường chuẩn

Cho vào 4 phễu chiết lần lượt 1 ml, 2 ml, 4 ml và 5 ml dung dịch chuẩn kẽm (4.9) và dùng dung dịch axit sulfuric (4.1) pha loãng đến 10 ml. Sau đó bổ sung các thuốc thử và tiến hành pha loãng với clorofom như đã mô tả trong 6.4.

Các dung dịch này chứa lần lượt 5 μg , 10 μg , 20 μg và 25 μg kẽm.

Đo độ hấp thụ của dãy dung dịch này bằng máy đo phổ, tiến hành theo như đã mô tả trong 6.4.

Hàng ngày kiểm tra đường chuẩn vì độ hấp thụ đặc trưng có thể thay đổi theo nồng độ thực của dung dịch dithizon.

CHÚ THÍCH Nếu dung dịch mẫu đã xử lý không được pha loãng (xem phần chú thích của 6.4), cho lần lượt 0,2 ml, 0,4 ml, 0,6 ml và 0,8 ml dung dịch chuẩn kẽm (4.9) vào phễu chiết, sau đó bổ sung những thuốc thử như đã trình bày trong 6.4. Các dung dịch này chứa lần lượt 1 μg , 2 μg , 3 μg và 4 μg kẽm. Đo độ hấp thụ của những dung dịch này bằng máy đo phổ, tiến hành theo như đã mô tả trong 6.4.

6.7 Số lần xác định

Tiến hành hai phép xác định trên cùng một mẫu thử đã lấy đem đi phá hủy thành phần hữu cơ (xem 6.1).

7 Biểu thị kết quả

7.1 Phương pháp tính và công thức

7.1.1 Tính toán độ hấp thụ đặc trưng

Từ độ hấp thụ của các dung dịch đã sử dụng để xây dựng đường chuẩn (xem 6.6), tính từng độ hấp thụ đặc trưng theo công thức sau đây:

$$A_1 = \frac{E_1 - E_0}{5}$$

$$A_2 = \frac{E_2 - E_0}{10}$$

$$A_3 = \frac{E_3 - E_0}{20}$$

$$A_4 = \frac{E_4 - E_0}{25}$$

trong đó

A_1, A_2, A_3 và A_4 là các độ hấp thụ đặc trưng;

E_1, E_2, E_3 và E_4 là độ hấp thụ được xác định như đã mô tả trong 6.6;

E_0 là độ hấp thụ của dung dịch mẫu trắng.

Tính toán độ hấp thụ đặc trưng toàn phần, A , theo công thức:

$$A = \frac{A_1 + A_2 + A_3 + A_4}{4}$$

7.1.2 Tính toán hàm lượng kẽm

Hàm lượng kẽm, tính bằng miligam trên kilogam sản phẩm, được tính theo công thức sau đây:

$$\frac{E \times V_0}{A \times m \times V_1}$$

trong đó

E là độ hấp thụ của dung dịch thử;

A là độ hấp thụ đặc trưng toàn phần;

V_0 là tổng thể tích của dung dịch mẫu đã phân hủy và pha loãng (50 hoặc 100 ml) (xem 6.4), tính bằng mililít;

V_1 là thể tích của phần dung dịch mẫu đã xử lý được cho vào phễu chiết, tính bằng mililít;

m là khối lượng của phần mẫu thử, tính bằng gam.

7.2 Độ lặp lại

Chênh lệch giữa kết quả của hai phép xác định được thực hiện đồng thời hay liên tiếp nhanh bởi cùng một người trên cùng một mẫu thử không được vượt quá 5 % giá trị trung bình.

8 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ phương pháp sử dụng và kết quả thu được. Báo cáo cũng phải nêu rõ mọi chi tiết thao tác không được quy định trong tiêu chuẩn này, hoặc trong tiêu chuẩn được sử dụng để tham khảo, hoặc những điều được coi là tùy ý cũng như các sự cố bất kỳ có thể ảnh hưởng đến kết quả.

Báo cáo thử nghiệm cũng phải bao gồm mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu thử.