

Lời nói đầu

TCVN 7811-1:2007 hoàn toàn tương đương với ISO 6636-1:1986;

TCVN 7811-1:2007 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.

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

Phần 1: Phương pháp phân tích cực phổ

Fruits, vegetables and derived products – Determination of zinc content –

Part 1: Polarographic method

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn quy định phương pháp xác định hàm lượng kẽm trong rau, quả và sản phẩm rau, quả bằng phân tích cực phổ.

CHÚ THÍCH Tiêu chuẩn TCVN 5487-91 (ISO 6636-2:1981) quy định phương pháp phổ hấp thụ nguyên tử, và TCVN 7811-3:2007 (ISO 6636-3:1983) quy định phương pháp phổ dithizon.

Đồng, thiếc, chì và cadimi không ảnh hưởng đến phép xác định.

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.

TCVN 5102 (ISO 874), Rau và quả tươi – Lấy mẫu.

3 Nguyên tắc

Tro hóa toàn bộ phần mẫu thử trong lò nung ở nhiệt độ $525\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$. Xử lý lượng tro thu được bằng axit clohydric. Trung hòa bằng dung dịch amoniac 25 % (khối lượng) rồi xác định hàm lượng kẽm bằng máy đo cực phổ có sử dụng dung dịch điện phân amoniac/ amoni clorua.

4 Thuốc thử

Tất cả các thuốc thử được sử dụng phải có chất lượng phân tích và nước được sử dụng phải là nước cất hay ít nhất là nước có độ tinh khiết tương đương.

4.1 Axit nitric ($\rho_{20} = 1,38$ g/ml).

4.2 Axit clohydric, pha loãng theo tỷ lệ 1:1.

Pha loãng 1 phần thể tích axit clohydric ($\rho_{20} = 1,19$ g/ml) với 1 phần thể tích nước.

4.3 Amoniac, dung dịch 25 % (theo khối lượng).

4.4 Dung dịch điện phân

Hòa tan 53,5 g amoni clorua trong nước đựng trong bình định mức 1 000 ml, thêm 155 ml dung dịch amoniac (4.3), thêm nước đến vạch rồi. Trộn.

4.5 Natri sunfit (Na_2SO_3), dung dịch nồng độ 1 mol/l.

4.6 Kẽm, dung dịch chuẩn có nồng độ từ 0,01 mg đến 0,04 mg kẽm trên mililit.

4.6.1 Dung dịch gốc

Hòa tan hoàn toàn 1 g kẽm kim loại [độ tinh khiết ít nhất là 99 % (theo khối lượng)] trong 10 ml axit clohydric (3.2) đựng trong bình nón. Chuyển toàn bộ sang bình định mức 1000 ml, thêm nước đến vạch rồi trộn.

4.6.2 Chuẩn bị

Pha loãng từ 1 ml đến 4 ml dung dịch kẽm gốc (4.6.1) trong bình định mức 100 ml, thêm nước đến vạch rồi trộn.

5 Thiết bị, dụng cụ

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

5.1 Máy đo cực phổ, thích hợp cho việc xác định hàm lượng kẽm lớn hơn 0,05 mg/kg, được trang bị điện cực giọt thủy ngân là catot và máy điện phân có đáy thủy ngân là anot.

5.2 Tủ sấy, có thể duy trì ở nhiệt độ từ $100\text{ }^\circ\text{C} \pm 5\text{ }^\circ\text{C}$ đến $150\text{ }^\circ\text{C} \pm 5\text{ }^\circ\text{C}$.

5.3 Lò nung, có thể duy trì ở nhiệt độ từ $100\text{ }^\circ\text{C} \pm 5\text{ }^\circ\text{C}$ đến $700\text{ }^\circ\text{C} \pm 25\text{ }^\circ\text{C}$.

5.4 Đĩa sứ, có đường kính từ 9 cm đến 11 cm.

5.5 Bình định mức một vạch, dung tích 50 ml.

5.6 Pipet chia độ, dung tích từ 1 ml đến 10 ml.

5.7 Bình nón, dung tích 25 ml.

5.8 Cân phân tích.

5.9 Nồi cách thủy.

6 Lấy mẫu

Phương pháp lấy mẫu rau, quả tươi xem TCVN 5102 (ISO 874).

Trộn kỹ mẫu thử trước khi lấy phần mẫu thử. Đối với mẫu thử đông lạnh hoặc đông lạnh nhanh, thì tiến hành làm tan băng trong bình kín rồi gộp phần nước tan ra với sản phẩm rồi đồng hóa.

7 Cách tiến hành

7.1 Phần mẫu thử

Cân khoảng từ 10 g đến 25 g mẫu chính xác đến 0,01 g, tùy theo hàm lượng kẽm dự kiến rồi chuyển vào đĩa sứ (5.4).

7.2 Phân hủy

7.2.1 Đặt đĩa sứ đựng phần mẫu thử (7.1) vào tủ sấy (5.2) và sấy ở nhiệt độ từ 110 °C đến 120 °C. Sau đó chuyển sang lò nung (5.3) đặt ở nhiệt độ 250 °C. Tăng từ từ nhiệt độ lên đến 350 °C và giữ ở nhiệt độ này cho đến khi phần mẫu thử không còn sủi bọt nữa. Tăng dần nhiệt độ lên đến 525 °C (sao cho phần mẫu thử không bốc cháy) và tiến hành tro hóa trong vòng 6 h. Lấy đĩa sứ ra khỏi lò và để nguội. Nếu trong tro có một lượng lớn các mảnh cacbon thì tiến hành như sau:

Làm ẩm tro bằng 0,5 ml nước sau đó cho thêm 0,5 ml axit nitric (4.1).

Cho toàn bộ bay hơi đến khô trên nồi cách thủy (5.9). Đặt đĩa vào lò nung ở nhiệt độ 250 °C, tăng nhiệt độ lên đến 525 °C và giữ trong vòng từ 1 h đến 2 h. Lặp lại toàn bộ quá trình này cho đến khi trong tro không còn những mảnh cacbon nữa, nếu cần.

7.2.2 Cho 10 ml axit clohydric (4.2) vào tro và đặt trên nồi cách thủy cho hòa tan được dễ dàng và để nguội.

7.2.3 Chuyển toàn bộ dung dịch vào bình định mức 50 ml (5.5), dùng từ 5 ml đến 10 ml nước để rửa và cho nước rửa vào bình định mức.

7.2.4 Thêm dung dịch amoniac (4.3) vào dịch trên cho đến khi mùi amoniac xuất hiện (pH 8). Thêm tiếp dung dịch amoniac cho đến khi pH đạt đến 10. Thêm nước đến vạch. Trộn đều rồi lọc.

7.3 Phép thử trắng

Tiến hành phép thử đối với mẫu trắng song song cùng với phép xác định, theo cùng một quy trình thử, thêm cùng một lượng thuốc thử, nhưng thay thế phần mẫu thử bằng một lượng nước có khối lượng tương đương.

7.4 Phương pháp xác định

7.4.1 Dùng pipet hút 2 lần mỗi lần 8 ml dung dịch lọc được (7.2.4) cho vào 2 bình nón (5.7).

7.4.2 Thêm 1 ml dung dịch natri sulfit (4.5) và 1 ml nước vào một trong 2 bình nón rồi thêm dung dịch điện phân (4.4) để đạt đến thể tích là 25 ml. Trộn kỹ. Chuyển dung dịch sang bình điện phân của máy đo cực phổ. Rửa bình nón với một lượng nhỏ dung dịch thử.

7.4.3 Tiến hành đo cực phổ bằng cách quét từ $-1,0$ V đến $-1,6$ V theo hướng dẫn của nhà cung cấp thiết bị. Cài đặt độ nhạy của thiết bị tương ứng với hàm lượng kẽm dự kiến. Các thiết bị khác nhau có cách thức cài đặt khác nhau. Điện thế nửa sóng, $E_{1/2}$, đối với kẽm vào khoảng $-1,2$ V. Tốc độ nhỏ giọt của thủy ngân là 10 giọt trong vòng 25 s cho đến 30 s.

7.4.4 Sau khi đã ghi lại cực phổ lần thứ nhất, tháo hết dung dịch trong bình điện phân rồi tráng bằng một ít dung dịch thử tiếp theo trước khi sử dụng lại.

7.4.5 Thêm vào bình nón thứ hai 1 ml dung dịch natri sulfit (4.5) và một thể tích đã biết của dung dịch kẽm chuẩn (4.6), thể tích này không vượt quá 1 ml. Thêm dung dịch điện phân (4.4) để có được 25 ml. Tiến hành như đã mô tả trong 7.4.2. Lặp lại quá trình này 2 lần thêm tương tự dung dịch chuẩn kẽm và thu được hàm lượng kẽm bằng cách ngoại suy. Hiệu chỉnh kết quả với kết quả thu được từ phép thử trắng.

7.5 Số lần xác định

Tiến hành hai phép xác định trên hai phần mẫu thử lấy từ cùng một mẫu.

8 Biểu thị kết quả

8.1 Phương pháp tính toán

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

$$\frac{\rho_{Zn} V_4 h_1 V_1 V_0 \times 1000}{(h_2 V_2 - h_1 V_1) m V_3}$$

trong đó

h_1 là chiều cao của sóng cực phổ thu được từ lần đo thứ nhất (xem 7.4.3), tính bằng milimét;

h_2 là chiều cao của sóng cực phổ thu được từ lần đo thứ hai (xem 7.4.5), tính bằng milimét;

m là khối lượng của phần mẫu thử (7.1), tính bằng gam;

V_0 là tổng thể tích của dung dịch được chuẩn bị từ phần mẫu thử đã phân hủy (xem 7.2.4), tính bằng mililit;

V_1 là thể tích của dung dịch dùng cho phép đo thứ nhất (xem 7.4.2), tính bằng mililit;

V_2 là thể tích của dung dịch dùng cho phép đo thứ hai (xem 7.4.5), tính bằng mililit;

V_3 là thể tích của phần mẫu đã sử dụng để chuẩn bị cho dung dịch phân tích (xem 7.4.1), tính bằng mililit;

V_4 là thể tích của dung dịch chuẩn kẽm được thêm vào (xem 7.4.5), tính bằng mililit;

ρ_{20} là nồng độ của dung dịch chuẩn kẽm (4.6), tính bằng miligam trên mililit.

Kết quả là giá trị trung bình của các giá trị thu được trong hai phép xác định, khi đáp ứng được yêu cầu về độ lặp lại (xem 8.2).

Kết quả lấy đến một chữ số thập phân.

8.2 Độ lặp lại

Chênh lệch giữa kết quả của hai lần xác định (7.5) được thực hiện đồng thời hay liên tiếp nhanh trong cùng điều kiện (cùng người thực hiện, cùng thiết bị và dụng cụ, cùng phòng thử nghiệm) không được vượt quá 5 % giá trị trung bình.

9 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 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.