

Lời nói đầu

TCVN 7766:2007 hoàn toàn tương đương với ISO 6633:1984;

TCVN 7766:2007 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.

Rau, quả và sản phẩm rau, quả – Xác định hàm lượng chì – Phương pháp đo phổ hấp thụ nguyên tử không ngọn lửa

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

Flameless atomic absorption spectrometric method

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định hàm lượng chì trong rau, quả và sản phẩm rau, quả bằng đo phổ hấp thụ nguyên tử không ngọn lửa.

2 Nguyên tắc

Phân huỷ các chất hữu cơ trong môi trường axit nitric ở điều kiện nhiệt độ và áp suất cao. Xác định cation chì (II) bằng quang phổ hấp thụ nguyên tử không ngọn lửa sau khi bổ sung axit orthophosphoric.

3 Thuốc thử

Các thuốc thử được sử dụng phải là loại tinh khiết phân tích, đặc biệt là không chứa chì (ngoại trừ dung dịch chì chuẩn (3.3)). Nước sử dụng phải là nước cất hai lần bằng thiết bị thủy tinh bo silicat hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

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

3.2 Axit nitric, dung dịch.

Pha 1 phần thể tích dung dịch axit nitric (3.1) với 9 phần thể tích nước.

3.3 Axit orthophosphoric, dung dịch 85 % ($\rho_{20} = 1,71$ g/ml) hoặc sử dụng cùng một lượng chất biến đổi nền tương đương.

3.4 Chì, dung dịch chuẩn tương ứng với 1 g Pb/l.

Hòa tan 1,598 5 g chì nitrat trong dung dịch axit nitric 1 % (phần thể tích) và pha loãng tới 1 000 ml.

Giữ trong bình thủy tinh bo silicat có nắp đậy.

1 ml dung dịch này tương ứng với 1 mg Pb.

4 Thiết bị, dụng cụ

CHÚ THÍCH Trước khi sử dụng, capxun (4.2) và các dụng cụ thủy tinh phải được rửa sạch bằng axit nitric đặc, nóng và phải được tráng bằng nước cất hai lần.

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

4.1 Máy nghiền cơ, có lớp lót và các lưỡi dao bên trong làm từ polytetraflorđetylen (PTFE)¹⁾.

4.2 Capxun phân hủy loại khép kín, gồm một chén nung hình trụ 23 ml có vành được phủ bằng lớp PTFE, đặt trong hộp bằng thép không gỉ có nắp xoáy. Một tấm gioăng tròn PTFE ép tỳ lên đỉnh của chén nung để đảm bảo capxun kín hoàn toàn (xem hình 1).

4.3 Tủ khống chế nhiệt độ ổn định, có thể duy trì ở 80 °C.

4.4 Bình định mức một vạch, 50 ml và 1 000 ml.

4.5 Phễu.

4.6 Ống phân giải máu.

4.7 Pipet, 2 ml; 5ml; 10 ml và 20 ml.

4.8 Micropipet Eppendorf, 10 µl và 100 µl có đầu tip Eppendorf chuẩn.

CHÚ THÍCH Một số micropipet có độ không chính xác 10 % hoặc cao hơn. Tốt nhất là sử dụng cùng một pipet cho dung dịch thử, dung dịch chuẩn và dung dịch thử trắng, trừ khi chúng đã được hiệu chuẩn.

4.9 Máy đo quang phổ hấp thụ nguyên tử, có lò graphit chuẩn (không phủ lớp nhiệt phân) và thiết bị hiệu chỉnh cho các hấp thụ không đặc trưng (đèn dơteri) và một đầu ghi đa điện thế²⁾.

- Nguồn: đèn catot chì rỗng
- Bước sóng đo: 283,3 nm
- Khí làm sạch: khí argon hoặc nếu không có sẵn argon thì dùng khí nitơ

¹⁾ Polytetrafloetylen.

²⁾ Nên sử dụng bộ L'vov với lò.

4.10 Cân phân tích.

5 Cách tiến hành

5.1 Chuẩn bị mẫu thử

Trộn kỹ mẫu phòng thử nghiệm. Nếu cần, trước hết loại bỏ hạt, vỏ cứng của hạt và cho mẫu phòng thử nghiệm qua máy nghiền cơ (4.1). Cho sản phẩm lạnh đông hoặc lạnh đông sâu tan bằng trong bình kín và chuyển toàn bộ nước tan ra vào máy trộn.

5.2 Phần mẫu thử

5.2.1 Sản phẩm dạng lỏng

Dùng pipet (4.7) lấy 5 ml mẫu thử (5.1) cho vào chén nung (xem 4.2).

CHÚ THÍCH Nếu dịch lỏng có chứa cặn, thì loại bỏ cặn trước khi tiến hành, bằng cách đun sôi, rồi để nguội, sau đó thêm nước đến thể tích ban đầu.

5.2.2 Sản phẩm sệt, rắn hoặc khô

Cân khoảng 1 g phần mẫu thử vào trong chén nung (xem 4.2) chính xác tới 0,01 g, thực hiện như đối với sản phẩm tươi.

5.3 Phân hủy

Thêm vào phần mẫu thử 10 ml axit nitric (3.1), đặt gioăng PTFE lên miệng chén nung và đặt chén nung vào trong vỏ thép không gỉ. Đậy nắp. Chuyển capxun vào tủ (4.3), duy trì ở 80 °C trong 24 giờ.

Lấy capxun ra khỏi lò, để nguội trong tủ lạnh, mở vỏ thép và rửa các giọt nước ngưng tụ trên gioăng vào chén nung bằng vài mililit nước. Chuyển dung dịch, đổ qua phễu (4.5), vào bình định mức một vạch 50 ml (4.4) và tráng chén nung vài lần bằng nước. Pha loãng đến vạch. Trộn đều bằng cách lắc.

CHÚ THÍCH Nếu việc xác định chì đòi hỏi độ nhạy cao hơn, thì pha loãng dung dịch trong bình định mức 25 ml.

5.4 Xác định

5.4.1 Chuẩn bị các dung dịch để bơm

5.4.1.1 Dung dịch hiệu chuẩn

Dùng pipet (4.7) chuyển 10 ml dung dịch chì chuẩn (3.4) vào bình định mức một vạch 1 000 ml và pha loãng bằng nước đến vạch.

Lấy 2 ml; 5 ml; 10 ml và 20 ml của dung dịch này và chuyển vào bốn bình định mức một vạch 1 000 ml. Pha loãng mỗi dung dịch đến vạch bằng axit nitric (3.2). (Các dung dịch này chứa tương ứng với 0,02 mg; 0,05 mg; 0,10 mg và 0,20 mg chì trên lít).

Chuyển 500 μ l dung dịch này vào bốn ống phân giải máu (4.6) và thêm 10 μ l axit orthophosphoric (3.3) vào mỗi ống.

5.4.1.2 Dung dịch mẫu thử

Chuyển 500 μ l dung dịch thu được trong 5.3 và thêm 10 μ l axit orthophosphoric (3.3) vào ống phân giải máu (4.6).

5.4.2 Đặt chương trình cho lò graphit

Đặt chương trình cho lò graphit để đáp ứng được ba quá trình vận hành sau đây:

- làm khô dung dịch;
- phân huỷ bằng nhiệt;
- nguyên tử hoá;

Các điều kiện qui định như sau:

- làm khô ở 110 °C trong 30 s;
- tăng từ từ nhiệt độ tới 700 °C (trong 45 s)
- nhiệt phân ở 700 °C trong 30 s;
- nguyên tử hoá trong 10 s ở 2 300 °C. Trong suốt giai đoạn này, ghi lại thay đổi độ hấp thụ. Dòng tuần hoàn khí sạch được ngắt đột ngột ("dùng khí") để kéo dài thời gian ở lại trong lò của nguyên tử;
- tăng nhiệt tới 2 700 °C để làm sạch lò lúc kết thúc quá trình phân huỷ.

5.4.3 Đo quang phổ

5.4.3.1 Dụng đường chuẩn

Dùng micropipet (4.8) bơm vào trong lò đã đặt chương trình theo 5.4.2 liên tiếp ba lần kê tiếp nhau, mỗi lần 10 μ l dung dịch hiệu chuẩn (5.4.1.1). Xác định độ hấp thụ của mỗi lần bơm từ độ cao của các pic ghi được. Tính độ hấp thụ trung bình từ các giá trị thu được.

Các độ hấp thụ này tương ứng với 0,000 2 μ g; 0,000 5 μ g; 0,001 μ g và 0,002 μ g chì. Dụng đường chuẩn.

5.4.3.2 Đo dung dịch thử

Dùng micropipet (4.8) bơm vào lò đã đặt chương trình theo 5.4.2 liên tiếp ba lần, mỗi lần 10 μ l dung dịch thử (5.4.1.2). Đo độ hấp thụ tương ứng và xác định độ hấp thụ trung bình.

5.5 Thử mẫu trắng

Tiến hành thử mẫu trắng sử dụng cùng quá trình phân huỷ (5.3) nhưng thay phần mẫu thử bằng 5 ml nước.

Chuẩn bị dung dịch thử trắng theo 5.4.1.2.

Dùng micropipet (4.8) bơm vào lò đã đặt chương trình theo 5.4.2 liên tiếp ba lần, mỗi lần 10 μ l dung dịch thử trắng. Độ hấp thụ phải bằng 0 (zero) hoặc nhỏ hơn 0,005.

CHÚ THÍCH Không cần phải thử mẫu trắng nếu đã chắc chắn rằng các thuốc thử được sử dụng không chứa chì.

6 Biểu thị kết quả

6.1 Phương pháp tính và công thức

6.1.1 Sản phẩm dạng lỏng

Hàm lượng chì trong mẫu, biểu thị bằng miligam trên lít, được tính theo công thức sau đây:

$$1\ 000\ m_1$$

trong đó m_1 là khối lượng của chì đã được hiệu chỉnh đối với thử mẫu trắng, nếu cần, trong 10 μ l dung dịch thu được trong 5.3 và đọc được từ đường chuẩn, tính bằng microgam.

6.1.2 Sản phẩm dạng sệt, rắn hoặc khô

Hàm lượng chì trong mẫu, biểu thị bằng miligam trên kilogam, tính theo công thức sau đây:

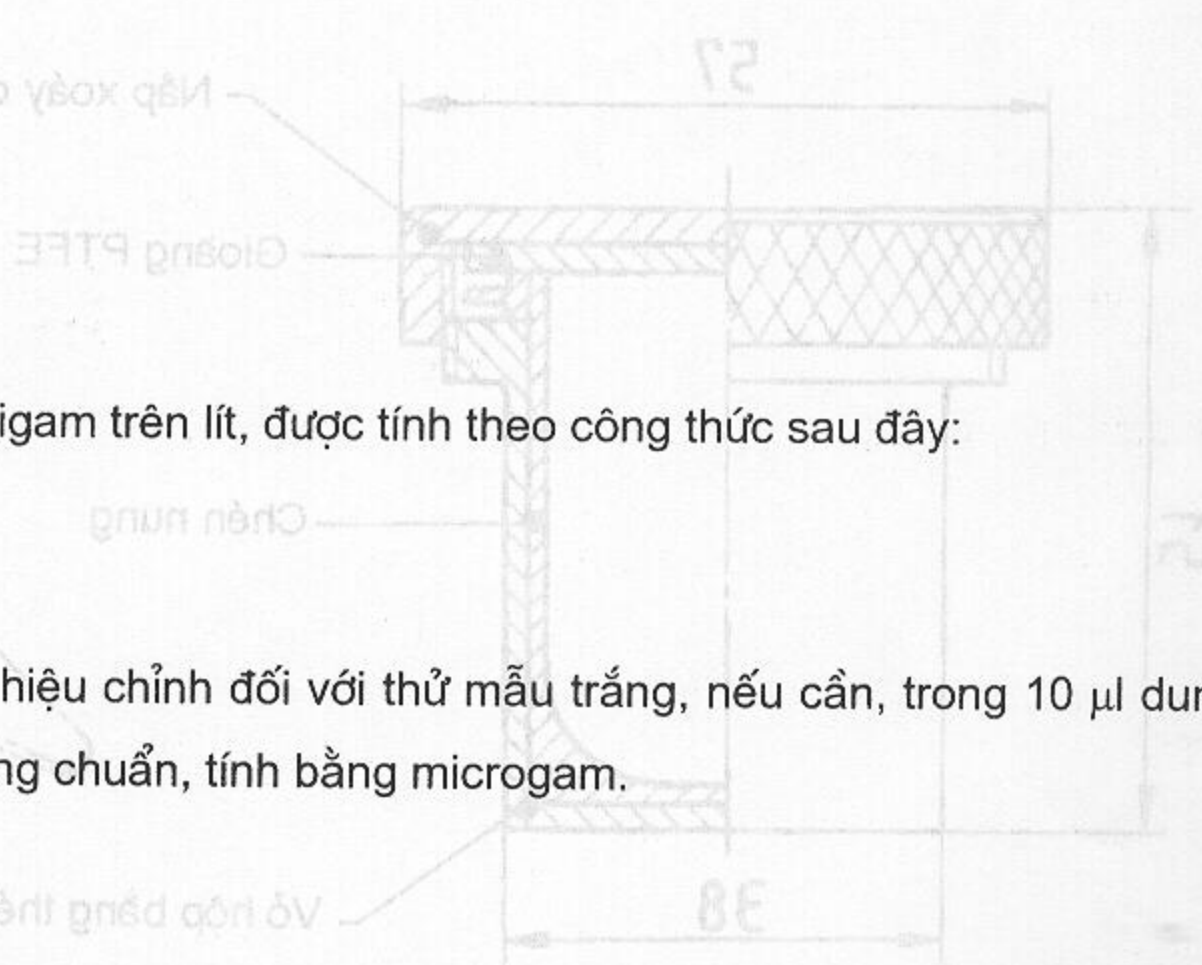
$$5000\ \frac{m_1}{m_0}$$

trong đó

m_0 là khối lượng phần mẫu thử, tính bằng gam;

m_1 là khối lượng của chì đã được hiệu chỉnh với mẫu trắng, nếu cần, trong 10 μ l dung dịch thu được trong 5.3 và đọc được từ đường chuẩn, tính bằng microgam.

Nếu biểu thị hàm lượng chì theo chất khô, thì phải tính đến hàm lượng nước của mẫu thử.



Hình 1 - Capxun phân huỷ

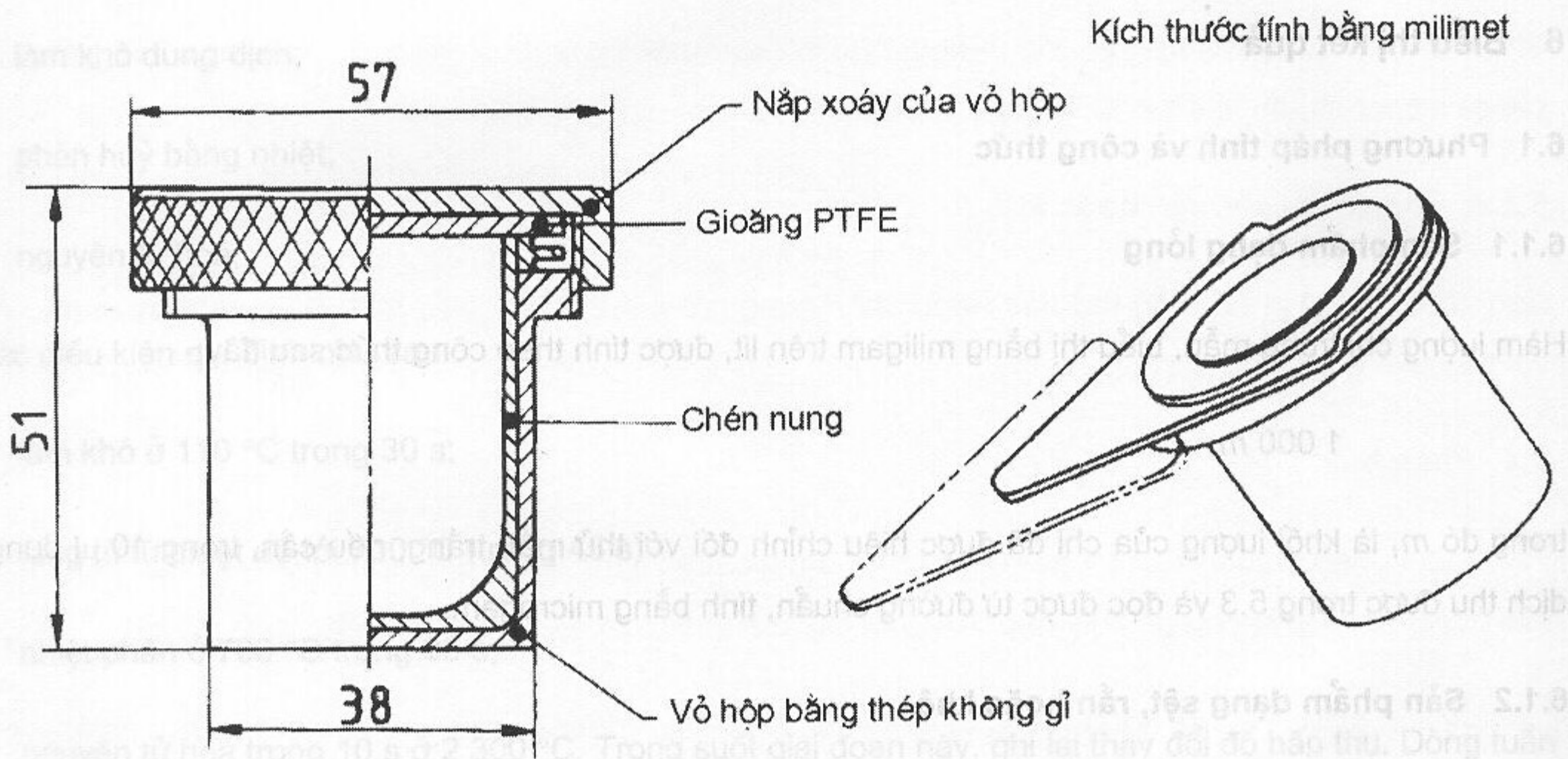
6.2 Độ lặp lại

Chênh lệch giữa các kết quả của hai phép thử tiến hành đồng thời hoặc liên tiếp trong thời gian ngắn, do cùng một người phân tích trên cùng mẫu thử không được vượt quá 10 % (giá trị tương đối).

7 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải nêu rõ phương pháp thử nghiệm đã dùng và kết quả thu được, nêu rõ cách biểu thị được sử dụng. Báo cáo thử nghiệm cũng phải mô tả mọi chi tiết thao tác không 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 phải gồm mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu thử.



Hình 1 – Capxun phân hủy