

Lời nói đầu

TCVN 8119 : 2009 hoàn toàn tương đương với ISO 5517 : 1978;

TCVN 8119 : 2009 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia 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 sắt –

Phương pháp đo quang dùng 1,10-phenanthrolin

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

1,10-phenanthroline photometric method

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp đo quang dùng 1,10-phenanthrolin để xác định hàm lượng sắt trong rau, quả và sản phẩm rau, quả.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. 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, bổ sung (nếu có).

TCVN 7149 (ISO 385), *Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh – Buret.*

TCVN 7151 (ISO 648), *Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh – Pipet một mức.*

TCVN 7153 (ISO 1042), *Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh – Bình định mức.*

TCVN 8117 (ISO 5515), *Rau quả và sản phẩm rau quả – Phân huỷ chất hữu cơ trước khi phân tích – Phương pháp ướt.*

TCVN 8118 (ISO 5516), *Rau quả và sản phẩm rau quả – Phân huỷ chất hữu cơ trước khi phân tích – Phương pháp tro hoá.*

3 Nguyên tắc

Phân huỷ chất hữu cơ, sau đó khử sắt hoá trị ba bằng hydroxylamoni clorua. Tạo hỗn hợp sắt (II)/1,10-phenanthrolin bền trong môi trường đệm. Đo quang hợp chất màu đỏ ở bước sóng 508 nm.

4 Thuốc thử

Chỉ sử dụng các thuốc thử loại tinh khiết phân tích. Sử dụng nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương, trừ khi có qui định khác.

4.1 Axit sulfuric, $\rho_{20} = 1,84$ g/ml.

4.2 Axit nitric, $\rho_{20} = 1,32$ g/ml.

4.3 Axit clohydric, $\rho_{20} = 1,18$ g/ml.

4.4 Hydroxylamoni clorua ($\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$), dung dịch 200 g/l.

4.5 Dung dịch đậm.

4.5.1 Natri axetat ngậm ba phân tử nước ($\text{NaCH}_3\text{CO}_2\cdot 3\text{H}_2\text{O}$), dung dịch 450 g/l.

4.5.2 Natri axetat ngậm ba phân tử nước ($\text{NaCH}_3\text{CO}_2\cdot 3\text{H}_2\text{O}$), dung dịch 272 g/l (2 M).

4.6 1,10-phenanthrolin, dung dịch 10 g/l

Hoà tan 1 g của 1,10-phenanthrolin trong 80 ml nước ở 80°C và một lượng tối thiểu axit clohydric (4.3) đã được pha loãng bằng cùng một thể tích nước, vào trong bình định mức một vạch 100 ml.

Sau khi làm nguội, pha loãng đến vạch và trộn.

Dung dịch này khi được bảo quản ở nơi mát và tránh ánh sáng mặt trời, thì có thể ổn định được trong vài tuần.

CHÚ THÍCH Cách khác, có thể sử dụng một lượng phenanthrolin clohydric tương ứng đã được hoà tan trong nước nguội thay cho 1,10-phenanthrolin.

4.7 Sắt, dung dịch chuẩn 0,020 g/l, được chuẩn bị theo một trong hai cách sau:

a) Cân 7,024 g amoni sắt (II) sulfat ngậm sáu phân tử nước $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}]$, chính xác đến 0,001 g. Hoà tan trong nước và thêm 2 giọt axit clohydric (4.3). Chuyển toàn bộ vào bình định mức một vạch 500 ml, pha loãng bằng nước đến vạch và trộn. Dùng pipet chuyển 10 ml dung dịch này vào bình định mức một vạch 1 000 ml. Pha loãng bằng nước đến vạch và trộn.

b) Cân 0,200 g sắt dây đạt độ tinh khiết phân tích, chính xác đến 0,001 g. Hoà tan trong 200 ml axit clohydric (4.3) và thêm 50 ml nước. Chuyển toàn bộ dung dịch vào bình định mức một vạch 1 000 ml, pha loãng đến vạch và trộn. Dùng pipet chuyển 50 ml dung dịch này vào bình định mức 500 ml. Pha loãng bằng nước đến vạch và trộn.

4.8 Magie axetat $[\text{Mg}(\text{CH}_3\text{CO}_2)_2]$, dung dịch 150 g/l.

5 Thiết bị, dụng cụ

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

5.1 Bình Kjeldahl, dung tích 250 hoặc 300 ml.

5.2 Pipet, dung tích 5, 10 và 20 ml, phù hợp với loại A của TCVN 7151 (ISO 648).

5.3 Buret, dung tích 50 ml, chia độ 0,1 ml, phù hợp với loại A của TCVN 7149 (ISO 385).

5.4 Bình định mức một vạch, dung tích 50 và 100 ml, phù hợp với loại A của TCVN 7153 (ISO 1042).

5.5 Cốc có mỏ, dung tích 50 ml.

5.6 Máy đo quang phổ hoặc máy đo độ hấp thụ quang điện, thích hợp để đo ở bước sóng 508 nm.

5.7 Cân phân tích.

5.8 Máy đo pH.

6 Cách tiến hành

6.1 Chuẩn bị mẫu thử và phân mẫu thử

Xem TCVN 8117 (ISO 5515) và TCVN 8118 (ISO 5516), theo phương pháp được chọn để phân huỷ (6.2). Phần mẫu thử được chuẩn bị bằng cách lấy khoảng 10 g mẫu thử, cân chính xác đến 0,001 g, hoặc dùng pipet (5.2) lấy 10 ml mẫu thử.

6.2 Phân huỷ

Tiến hành theo TCVN 8117 (ISO 5515) và TCVN 8118 (ISO 5516), pha loãng dung dịch thử đến 100 ml (chú ý, nếu tiến hành phân huỷ theo TCVN 8118 (ISO 5516) thì hoà tan tro sau khi làm ướt bằng 5 ml axit sulfuric thay cho 1 ml).

6.3 Thử sơ bộ

Tiến hành thử sơ bộ để xác định thể tích của dung dịch đệm (4.5.1) được thêm vào. Dùng pipet (5.2) lấy một lượng V_1 ml (5, 10 hoặc 20 ml) dung dịch thử thu được trong 6.2, tùy theo hàm lượng sắt dự kiến có trong mẫu.

Chuyển vào cốc có mỏ dung tích 50 ml (5.5), thêm nước đến 20 ml, nếu cần, sau đó thêm 5 ml dung dịch hydroxylamoni clorua (4.4).

Chuyển vào cốc có mỏ một lượng dung dịch đệm (4.5.1) cần thiết để thu được số đọc trên máy đo pH (5.8) từ 3,5 đến 4,5. Ghi lấy X ml là thể tích của dung dịch đệm được thêm vào.

6.4 Cách tiến hành

Lấy một lượng V_1 ml (xem 6.3) dung dịch thử thu được trong 6.2 tùy thuộc vào hàm lượng sắt dự kiến và chuyển vào bình định mức một vạch 50 ml (5.4). Thêm 20 ml nước, nếu cần.

Thêm 5 ml dung dịch hydroxylamoni clorua (4.4) và X ml (xem 6.3) dung dịch đệm (4.5.1) để thu được pH từ 3,5 đến 4,5.

Thêm 2 ml dung dịch 1,10-phenanthrolin (4.6), pha loãng bằng nước đến vạch và trộn. Để yên 5 min.

Dùng máy đo quang phổ hoặc máy đo độ hấp thụ quang điện (5.6) để đo độ hấp thụ ở bước sóng 508 nm. Nếu dung dịch tạo màu quá mạnh thì tiến hành đo lại, lấy một lượng V_1 nhỏ hơn hoặc nếu lấy phần mẫu thử nhỏ hơn.

6.5 Số lần xác định

Tiến hành hai phép xác định trên cùng một mẫu thử (6.1).

6.6 Phép thử trắng

Tiến hành phép thử trắng theo cùng qui trình và sử dụng cùng lượng thuốc thử như đã dùng trong phép xác định nhưng không có phần mẫu thử.

6.7 Chuẩn bị đường hiệu chuẩn

Lấy 0; 5; 10; 20; 30; 40 và 50 ml dung dịch sắt chuẩn (4.7) và 2 ml axit clohydric (4.3) cho vào một dãy bảy bình định mức một vạch 100 ml (5.4) tương ứng. Pha loãng đến vạch và trộn. Sau đó lấy 20 ml của mỗi dung dịch có trước, cho vào một dãy bảy bình định mức một vạch 50 ml (5.4), có chứa từ 0; 20; 40; 80; 120; 160 và 200 μg sắt tương ứng. Thêm 5 ml dung dịch hydroxylamoni clorua (4.4). Lắc đều. Thêm 3,5 ml dung dịch đệm (4.5.2). Lắc đều. Thêm 2 ml dung dịch 1,10-phenanthrolin (4.6). Pha loãng đến vạch và trộn. Để yên trong 5 min. Lắc đều.

Dùng máy đo quang phổ hoặc máy đo độ hấp thụ quang điện (5.6) để đo độ hấp thụ ở bước sóng 508 nm. Từ các giá trị độ hấp thụ đo được trừ đi các giá trị đo được tương ứng trong phép thử trắng (6.6). Dựng đường chuẩn, cho thấy số microgam sắt theo hàm số của độ hấp thụ.

* Mặc dù sự tạo màu ở pH từ 2 đến 9 nhưng cường độ màu của dung dịch không đổi khi pH từ 3,5 đến 4,5.

7 Biểu thị kết quả

7.1 Phương pháp tính và công thức

7.1.1 Phần mẫu thử được lấy bằng pipet

Hàm lượng sắt của mẫu, biểu thị bằng miligam trên lit (mg/l), tính theo công thức sau đây:

$$\frac{m_1}{1000} \times \frac{100}{V_1} \times \frac{1000}{V_0} = \frac{m_1 \times 100}{V_1 \times V_0}$$

trong đó:

m_1 là khối lượng của sắt đọc được trên đường hiệu chuẩn (6.7), tính bằng microgam (μg);

V_0 là thể tích của phần mẫu thử (6.1), tính bằng mililit (ml);

V_1 là thể tích của phần cuối lấy để xác định (6.4), tính bằng mililit (ml).

7.1.2 Phần mẫu thử được lấy bằng cách cân

Hàm lượng sắt của mẫu, biểu thị bằng miligam trên kilogam, được tính theo công thức:

$$\frac{m_1}{1000} \times \frac{100}{V_1} \times \frac{1000}{m_0} = \frac{m_1 \times 100}{V_1 \times m_0}$$

trong đó:

m_0 là khối lượng của phần mẫu thử (6.1), tính bằng gam (g);

m_1 là khối lượng của sắt đọc được trên đường hiệu chuẩn (6.7), tính bằng microgam (μg);

V_1 là thể tích cuối cùng được lấy để xác định (6.4), tính bằng mililit (ml).

7.2 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa các kết quả thu được của hai lần thử nghiệm tiến hành song song hoặc nhanh liên tiếp từ cùng một phép phân tích trên cùng nguyên liệu thử, không vượt quá $\pm 3\%$ giá trị trung bình.

8 Báo cáo thử nghiệm

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

Báo cáo thử nghiệm phải đưa ra mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu thử.