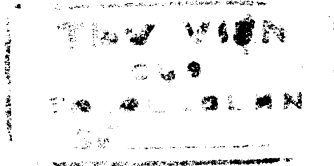


TCVN 5487-1991  
(ISO 6636/2-1981)

TRAU, QUẢ VÀ CÁC SẢN PHẨM CHẾ BIẾN  
Xác định hàm lượng kẽm bằng phương pháp quang  
phổ hấp thụ nguyên tử



## LỜI NÓI ĐẦU

TCVN 5487-1991 phù hợp với ISO 6636/2 - 1981 .

TCVN 5487-1991 do Trung tâm Tiêu chuẩn-Đo lường-Chất lượng khu vực 1 biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn - Đo lường - Chất lượng đề nghị và được Ủy ban Khoa học Nhà nước ban hành theo quyết định số 487 /QĐ ngày 8 tháng 8 năm 1991.

(ISO 6636/2-1981)

## RAU, QUẢ VÀ CÁC SẢN PHẨM CHẾ BIẾN

Xác định hàm lượng kẽm.

Phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử

Fruits, Vegetables and derived products

Determination of zinc content.

Atomic absorption spectrometric method.

Tiêu chuẩn này phù hợp với ISO 6636/2-1981

## 1. Nguyên tắc.

Phân hủy chất hữu cơ bằng phương pháp khô hoặc phương pháp ướt và xác định cation  $Zn^{2+}$  bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử.

Chú thích: Trong trường hợp phân hủy bằng phương pháp khô, hoà tan tro trong axit clohydric để biến đổi tất cả những muối vô cơ thành những clorua dễ phân ly.

Đối với một số mẫu lỏng (như rượu vang, nước quả ép trong không có thịt quả) thì có thể tiến hành xác định trực tiếp, không phân hủy mẫu trước.

## 2. Thuốc thử:

Tất cả các thuốc thử đều phải là tinh khiết phân tích và đặc biệt là không chứa kẽm. Sử dụng nước cất 2 lần trong thiết bị thủy tinh borosilicat hoặc ít nhất nước có độ tinh khiết tương đương.

2.1. Axit nitric,  $\rho_{20} = 1,38g/ml$ 2.2. Axit sunfuric,  $\rho_{20} = 1,84g/ml$ 

2.3. Axit clohydric, dung dịch 1 + 1 (theo thể tích). Trộn một thể tích axit clohydric đặc  $\rho_{20} = 1,19g/ml$  với một thể tích nước

2.4. Axit clohydric, dung dịch xấp xỉ 3,7g/l.

Hoà tan 8,3ml axit clohydric đặc ( $\rho_{20} = 1,19g/ml$ ) trong bình định mức một vạch dung tích 1000ml bằng nước tới vạch, lắc đều.

2.5. Kẽm, dung dịch chuẩn tương đương 1g kẽm trong 1 lít.

Hoà tan 1 g kẽm tinh khiết bằng 10ml dung dịch axit clohydric

(2.3) trong một bình nón, chuyển lượng dung dịch này sang bình định mức một vạch dung tích 1000ml, pha loãng bằng nước tới vạch, lắc đều.

Bảo quản dung dịch này trong bình thủy tinh borosilicat nút mài.

### 3. Thiết bị:

Những thiết bị phòng thí nghiệm thường dùng không có quy định gì khác và những thiết bị sau:

3.1. Máy nghiền bên trong và các lưỡi dao được phủ 1 lớp pôlyetylen.

3.2. Đĩa platin hoặc thạch anh có đường kính 70mm hoặc bình ken đơn dung tích 250ml.

3.3. Bình định mức 1 vạch, dung tích 50ml.

3.4. Pipet định mức có dung tích thích hợp.

3.5. Máy li tâm.

3.6. Bếp cách thủy sôi.

3.7. Thiết bị cấp nhiệt.

3.8. Lò nung điện có thể điều khiển ở  $525 \pm 25^{\circ}\text{C}$ .

3.9. Lò nung điện có khả năng điều khiển ở nhiệt độ nhỏ hơn  $100^{\circ}\text{C}$  và ở  $525 \pm 25^{\circ}\text{C}$ , thích hợp hơn là lò có chương trình điều khiển nhiệt độ từ  $20 - 550^{\circ}\text{C}$ .

3.10. Máy quang phổ hấp thụ nguyên tử có lắp đèn hỗn hợp axetylen không khí được cung cấp với một tốc độ dòng các định trước (nói chung là 4ml/phút) tương ứng với tốc độ hút hơi đã quy định, thích hợp với việc đo ở bước sóng 213,8nm.

3.11. Cân phân tích.

4. Trình tự thử.

4.1. Chuẩn bị mẫu thử:

Trộn đều mẫu thí nghiệm. Nếu cần thiết trước hết chuyển các hạt vào trong bọc cứng cho qua máy nghiền (5.1). Để những sản phẩm đông lạnh được đông lạnh sâu rồi đông trong bình kín và trước khi làm đông, bắt mẫu thêm vào sản phẩm lượng chất lỏng được tạo thành trong giai đoạn này.

## 4.2. Phần mẫu thử:

### 4.2.1. Những sản phẩm lỏng:

Lấy 10ml mẫu thử(4.1) bằng pipet(3.4). Trong trường hợp mẫu là chất lỏng nhớt hoặc chất lỏng chứa những hạt rắn huyền phù thì cân phần mẫu thử(Xem 4.2.2).

### 4.2.2. Những sản phẩm nhão hoặc đặc, khô.

Cân 5-10g mẫu thử(4.1) chính xác đến 0,01 biểu thị bằng sản phẩm tươi tùy theo tính chất của sản phẩm.

## 4.3. Sự phân hủy:

Sự phân hủy có thể thực hiện theo phương pháp ướt hoặc phương pháp khô:

### 4.3.1. Phân hủy theo phương pháp khô

Đưa phần mẫu thử(4.2) vào một trong các cái đĩa(3.2) và đặt vào bếp cách thủy sôi(3.6) điều chỉnh bếp sao cho để hạn chế tới mức thấp nhất hao hụt mẫu do văng ra ngoài. Để bay hơi cho tới khi mẫu. Tiếp tục phân hủy mẫu trong lò múp đã duy trì ở  $525 \pm 25^{\circ}\text{C}$ .

Chú thích: Nếu có thể nên tránh để bay hơi mẫu trên bếp cách thủy sôi và nên để trực tiếp đĩa đựng mẫu vào trong lò điện(3.9) có điều chỉnh dải nhiệt độ theo chương trình của lò từ 20 đến  $525 \pm 25^{\circ}\text{C}$  tăng dần để tránh làm văng phần mẫu thử trong khi sấy mẫu.

Hoà tan tro bằng vài giọt axít nitric(2.1) cho bay hơi trên bếp cách thủy sôi(3.6) rồi cho vào lò nung đặt ở  $525 \pm 25^{\circ}\text{C}$  (hoặc lúc đầu đặt ở nhiệt độ nhỏ hơn  $100^{\circ}\text{C}$  rồi sau đó điều khiển tới  $525 \pm 25^{\circ}\text{C}$ ). Chuyển mẫu vào lò múp(3.8) điều khiển tới  $525 \pm 25^{\circ}\text{C}$  và nung cho tới khi tro trắng. Hoà tan bằng 1-2ml dung dịch axít clohydric(2.3). Chuyển toàn bộ lượng mẫu trong đĩa vào ống quay ly tâm(3.5), tráng đĩa với khoảng 20ml dung dịch axít clohydric(2.4) quay ly tâm và chuyển chất nổi trên mặt vào bình định mức 50 ml(3.3). Thêm 10ml dung dịch axít clohydric(2.4) nữa vào với lượng còn lại trong ống ly tâm, quay ly tâm, và chuyển chất lỏng nổi trên mặt vào bình định mức trên. Lặp lại quá trình này với 10ml nước, gộp thể tích dung dịch vào bình định mức rồi thêm nước tới vạch. Trộn dung dịch.

#### 4.3.2. Phân hủy theo phương pháp ướt:

Cho phần mẫu thử(4.2)vào bình kendan(3.2).Nếu phần mẫu thử (4.2.1)có etanol phải loại trước bằng cách đun sôi rồi để nguội. Thêm 10ml axit nitric(2.1).đun nóng,rồi cẩn thận thêm vào 5mlaxit sunfuric(2.2).

Trong một vài trường hợp nên phân hủy sơ bộ bằng cách để hỗn hợp trên trong bình thủy tinh qua một thời gian(ví dụ như để qua đêm).

Đặt bình cầu chứa hỗn hợp trên vào thiết bị cấp nhiệt(3,7) và đun nóng cẩn thận tránh trào mẫu.Nếu cần thiết thì ngừng đun và chỉ đun nóng lại khi thôi trào mẫu.

Đun sôi dung dịch này càng nhanh càng tốt và tiếp tục đun sôi cho tới khi dung dịch bắt đầu chuyển thành màu nâu.Sau đó thêm dần từng giọt,từng phần 1 đến 2ml axit nitric(2.1).

Đun sôi sau mỗi lần thêm axit nhưng tránh đun nóng quá mức.Một lượng nhỏ axit nitric luôn luôn còn lại ở trong dung dịch biểu hiện ở sự có mặt của hơi nito.Ngừng thêm axit nitric khi dung dịch không còn chuyển sang màu nâu với lượng axit vừa thêm.Tiếp tục đun nóng cho tới khi có khói trắng biểu hiện nồng độ axit sunfuric cao và axit nitric giảm.Nếu dung dịch lại chuyển sang màu nâu thì tiếp tục thêm axit nitric và lặp lại hoạt động như đã mô tả ở trên cho tới khi màu nâu không còn nữa,Để nguội dung dịch.Dung dịch không có màu hoặc có màu vàng hoặc hơi xanh thì chứng tỏ rằng việc phân hủy mẫu xong.

Khi phân hủy mẫu xong,pha loãng dung dịch sunfuric này với vài mililit nước.Chuyển toàn bộ lượng dung dịch trong bình vào ống quay li tâm(3.5)trên bình cầu với khoảng 10ml nước và chuyển nước trắng sang ống quay li tâm trên.Quay li tâm và chuyển lượng dung dịch nổi trên mặt vào bình định mức thể tích 50ml(3.3).Thêm 10ml nước nữa vào ống quay li tâm.Quay li tâm và chuyển lượng dung dịch nổi trên mặt sang cùng bình trên.Lặp lại quá trình này với 10ml nước khác và thêm nước tới vạch vào bình định mức trên.Lắc đều dung dịch.

#### 4.3.3. Mẫu trắng:

Sử dụng cùng điều kiện phân hủy mẫu(4.3.1)hoặc(4.3.2)tiến hành

thí nghiệm mẫu trắng, nhưng thay thế phần mẫu thử bằng 10ml nước.

#### 4.4. Cách xác định:

4.4.1. Nếu được phân hủy bằng phương pháp khô.

4.4.1.1. Xây dựng đồ thị chuẩn:

Pha loãng dung dịch kẽm chuẩn bằng dung dịch axit clohydric (2.4) để có 4 dung dịch chứa 0,25 - 0,5 - 1 và 1,5mg kẽm trong 1 lít.

Hút lần lượt từng dung dịch này đưa vào ngọn lửa của máy quang phổ (3.10) ở tốc độ dòng sao cho dung dịch có hàm lượng 1,5mg kẽm trong 1 lít đạt được độ hấp thụ lớn nhất. Ghi các giá trị hấp thụ tương ứng và vẽ đồ thị chuẩn.

4.4.1.2. Đo phổ:

Hút dung dịch mẫu thử đã thu được (4.3.1) và dung dịch mẫu trắng (4.3.3) đưa vào ngọn lửa máy quang phổ hấp thụ (3.10) ở cùng một tốc độ dòng như trong 4.4.1.1. Ghi độ hấp thụ tương ứng (1)

Độ hấp thụ của mẫu trắng phải nhỏ hơn hoặc bằng 0,002.

4.4.2. Mẫu phân hủy bằng phương pháp ướt:

4.4.2.1. Xây dựng đồ thị chuẩn:

Pha loãng dung dịch kẽm chuẩn (2.5) bằng nước để được dung dịch chứa 2,5; 5; 10 và 15 mg kẽm trong 1 lít.

Cho 5ml của mỗi dung dịch đó vào 4 bình định mức 50ml (3.3). Thêm 30 đến 35ml nước rồi sau đó thêm 5ml axit sunfuric (2.2). Lắc đều, để nguội và thêm nước tới vạch. Lắc đều. Những dung dịch tương ứng này chứa 0,25; 0,5; 1 và 1,5mg kẽm trong 1 lít.

Hút lần lượt từng dung dịch đưa vào ngọn lửa máy quang phổ (3.10) với tốc độ dòng sao cho dung dịch có hàm lượng 1,5mg kẽm trong 1 lít có độ hấp thụ cực đại. Ghi các giá trị hấp thụ tương ứng và vẽ đồ thị chuẩn.

4.4.2.2. Đo phổ:

Hút dung dịch mẫu thử (4.3.2) và dung dịch mẫu trắng (4.3.3) và  
 (1) Nếu độ hấp thụ của dung dịch thử vượt quá độ hấp thụ của dung dịch chuẩn có nồng độ lớn nhất thì đo độ hấp thụ của dung dịch thử được pha loãng thích hợp bằng dung dịch axit clohydric (2.4).

đưa vào ngọn lửa máy quang phổ với cùng tốc độ dòng như t r o n g  
4.4.2.1. Ghi độ hấp thụ tương ứng. (2)

Độ hấp thụ của dung dịch mẫu trắng phải nhỏ hơn hoặc bằng 0,002.

### 5. Tính kết quả :

#### 5.1. Phương pháp tính và công thức:

##### 5.1.1. Các sản phẩm lỏng:

Hàm lượng kẽm ( $X_1$ ) tính theo miligam trong 1 lít sản phẩm được tính theo công thức sau:

$$X_1 = (C_1 - C_2) \times 5$$

Trong đó:

$C_1$  : Hàm lượng kẽm của mẫu thử tính bằng mg trong 1 lít đọc trên đồ thị chuẩn. (3)

$C_2$  : Hàm lượng kẽm của mẫu trắng tính bằng mg trong 1 lít đọc trên đồ thị chuẩn.

5.1.2. Sản phẩm lỏng, một hoặc không đồng nhất, đặc sản phẩm nhão, sản phẩm rắn hoặc khô:

Hàm lượng kẽm ( $X_2$ ) tính bằng mg trên kg sản phẩm được tính theo công thức:

$$X_2 = \frac{(C_1 - C_2) \times 50}{m}$$

Trong đó:

$C_1$  : Hàm lượng kẽm của mẫu thử tính theo miligam trong 1 lít đọc trên đồ thị chuẩn.

$C_2$  : Hàm lượng kẽm của mẫu trắng tính bằng miligam trong 1 lít đọc trên đồ thị chuẩn.

m : Khối lượng mẫu cân tính bằng gam.

(2) Nếu độ hấp thụ của dung dịch thử vượt quá độ hấp thụ của dung dịch chuẩn có nồng độ cao nhất thì do độ hấp thụ của dung dịch thử được pha loãng thích hợp bằng dung dịch axit sunfuric 10% (thể tích)

(3) Nếu dung dịch thử đã được pha loãng thì sử dụng hệ số pha loãng thích hợp trong tính toán.



Nếu muốn tính hàm lượng kẽm đối với sản phẩm khô thì phải đưa cả hàm lượng nước của mẫu vào trong tính toán.

#### 5.2. Độ lặp lại:

Sai lệch giữa kết quả 2 lần xác định tiến hành đồng thời hoặc liên tiếp nhanh bởi cùng một người phân tích trên cùng một mẫu không được lớn hơn 10% (tương đối).

#### 6. Biên bản thử:

Trong biên bản thử phải ghi phương pháp thử đã dùng và kết quả đạt được, chỉ rõ phương pháp tính đã sử dụng. Cũng cần nêu tất cả các chi tiết tiến hành không quy định trong tiêu chuẩn này hoặc được coi như không bắt buộc cũng như bất kỳ điều gì có thể ảnh hưởng đến kết quả. Biên bản thử còn nêu tất cả những thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu thử.

---