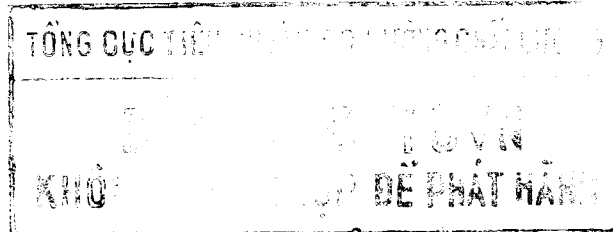


TCVN 6540 : 1999

ISO 9526 : 1990



**RAU, QUẢ VÀ CÁC SẢN PHẨM TỪ RAU QUẢ - XÁC
ĐỊNH HÀM LƯỢNG SẮT BẰNG PHƯƠNG PHÁP
QUANG PHỔ HẤP THỤ NGUYÊN TỬ NGỌN LỬA**

*Fruits, vegetables and derived products - Determination of iron content by
flame atomic absorption spectrometry*

Lời nói đầu

TCVN 6540 : 1999 hoàn toàn tương đương với ISO 9526 : 1990

TCVN 6540 : 1999 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 và được Bộ Khoa học Công nghệ và Môi trường ban hành.

Rau, quả và các sản phẩm từ rau quả - Xác định hàm lượng sắt bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa

Fruits, vegetables and derived products - Determination of iron content by flame atomic absorption spectrometry

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng sắt trong rau quả và các sản phẩm từ rau quả bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa.

2 Tiêu chuẩn trích dẫn

ISO 5515 : 1979, Rau, quả và các sản phẩm từ rau quả - Phân hủy chất hữu cơ trước khi đưa phân tích - Phương pháp ướt.

3 Nguyên tắc

Phân hủy chất hữu cơ bằng phương pháp khô hoặc ướt và xác định hàm lượng cation Fe^{2+} bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa.

4 Thuốc thử

Tất cả các thuốc thử được dùng phải thuộc loại phân tích và đặc biệt không chứa sắt. Nước sử dụng phải được cất 2 lần trong dụng cụ thủy tinh Bosilicat, hoặc là nước có độ tinh khiết tương đương.

TCVN 6540 : 1999

4.1 Axít sunfuric đậm đặc ($\rho_{20} = 1,84$ g/ml).

4.2 Axít nitric đậm đặc ($\rho_{20} = 1,38$ g/ml).

4.3 Axít clohidric pha loãng 1+1 (V/V).

Hòa lẫn một thể tích axít clohidric đậm đặc ($\rho_{20} = 1,19$ g/ml) với một thể tích nước.

4.4 Axít clohidric, dung dịch khoảng 0,1 mol/l.

Pha loãng 8,3ml axít clohidric đậm đặc ($\rho_{20} = 1,19$ g/ml) vào bình định mức một vạch dung tích 1000ml, thêm nước cho tới vạch và lắc đều.

4.5 Sắt, dung dịch chuẩn tương đương 1g sắt/lít.

Hoà tan 7,022 g sắt II amon sunfat ngậm 6 phân tử nước $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ vào nước trong bình định mức một vạch dung tích 1000 ml và pha loãng tới vạch bằng nước.

Bảo quản dung dịch này trong bình cầu thủy tinh bosilicat đậy kín bằng nút mài.

1 ml dung dịch chuẩn này chứa 1 mg sắt.

5 Thiết bị, dụng cụ

Trước khi sử dụng, rửa các đĩa và dụng cụ thủy tinh bằng axít nitric đậm đặc ấm ($70^\circ\text{C} - 80^\circ\text{C}$) và tráng bằng nước cất 2 lần.

Sử dụng các thiết bị, dụng cụ thông thường của phòng thí nghiệm và đặc biệt là các loại sau đây :

5.1 Máy nghiền cơ học, bên trong của máy và các lưới cắt phải được bọc bằng polytetrafluoroetylen.

5.2 Bình cầu đáy tròn, có dung tích 1000 ml.

5.3 Đĩa bạch kim hoặc thạch anh, có đường kính 70 mm.

5.4 Bình định mức, có dung tích 50 ml.

5.5 Pipet để chuẩn bị các dung dịch hiệu chuẩn.

5.6 Giấy lọc không tàn.

5.7 Nồi cách thủy.

5.8 Lò nung điện có thể điều chỉnh nhiệt độ tới $525^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$.

5.9 Máy quang phổ hấp thụ nguyên tử, được gắn với đầu đốt không khí - axetylen, thích hợp cho việc đo ở bước sóng 248,3 nm.

5.10 Đèn hồng ngoại, hoặc đầu đốt Bunsen.

5.11 Cân phân tích.

6 Chuẩn bị mẫu thử

Trộn kỹ mẫu thí nghiệm. Nếu cần, trước hết loại bỏ hết hạt và các vách cứng buồng hạt và sau đó nghiền bằng máy nghiền cơ học (5.1).

Các sản phẩm đông lạnh hoặc đông lạnh sâu, trước hết phải được làm tan giá trong một bình kín và chất lỏng chảy ra trong quá trình này phải được đổ vào sản phẩm trước khi trộn.

7 Cách tiến hành

7.1 Phần mẫu thử.

Cân 5 g - 10 g mẫu thử (điều 6) tùy theo dạng sản phẩm, chính xác đến 0,01g.

7.2 Phân huỷ mẫu.

Phân huỷ mẫu có thể làm bằng 2 phương pháp : khô hoặc ướt.

7.2.1 Phân huỷ mẫu bằng phương pháp khô

Cho phần mẫu thử (7.1) vào một trong các đĩa (5.3) và đặt lên nồi cách thủy (5.7). Cho bay hơi tới khô. Bắt đầu đốt cháy các chất hữu cơ bằng một đèn hồng ngoại (5.10), hoặc nếu không có thì dùng đèn Bunsen và tiếp tục phá mẫu trong lò nung điện (5.8), giữ nhiệt độ ở mức $525^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$, cho đến khi tro chuyển thành màu trắng hết. Nếu vẫn còn một phần nhỏ ở dạng than, cần nhỏ một vài giọt axit nitric (4.2) để chuyển thành tro, cho bay hơi tới khô trên nồi cách thủy và sau đó đặt đĩa trở lại vào lò nung điện. Hòa tan tro với khoảng 1 ml - 2 ml dung dịch axit clohidric (4.3), thêm khoảng 20 ml nước cất và đặt đĩa lên nồi cách thủy cho đến khi bắt đầu bốc hơi. Thêm 20 ml dung dịch axit clohidric (4.4) và đun trên nồi cách thủy khoảng 5 phút.

Lọc qua phễu có giấy lọc không tàn (5.6) và thu dịch lọc vào một bình định mức một vạch dung

TCVN 6540 : 1999

tích 50ml (5.4). Rửa đĩa và giấy lọc vài lần bằng 5 ml -10 ml dung dịch axit clohidric (4.4) và thu lấy nước rửa vào một bình định mức 1 vạch. Thêm dung dịch axit clohidric (4.4) cho tới vạch và lắc đều.

7.2.2 Phân huỷ mẫu bằng phương pháp ướt.

Cho phần mẫu thử (7.1) vào bình cầu đáy tròn (5.2). Nếu phần mẫu thử chứa etanola, loại bỏ etanola bằng cách cho bốc hơi. Thêm 5 ml axit nitric (4.2), đun , sau đó cẩn thận cho thêm 5 ml axit sunfuric (4.1)¹. Sau đó tiến hành như nêu trong ISO 5515 : 1979, điều 6.3.1, đoạn thứ 2 đến thứ 8.

Khi việc phá mẫu hoàn thành, pha loãng dung dịch axit sunfuric với một vài ml nước, lọc qua giấy lọc không tàn (5.6) và thu lấy dịch lọc vào một bình định mức một vạch dung tích 50 ml (5.4). Tráng bình cầu đáy tròn và giấy lọc bằng vài ml nước và thu nước rửa cho vào bình định mức một vạch. Lắc đều, để nguội và cho nước vào tới vạch. Lắc đều dung dịch.

7.2.3 Thử mẫu trắng.

Tiến hành thử mẫu trắng, sử dụng cùng trình tự phân huỷ (7.2.1 hoặc 7.2.2) nhưng thay phần mẫu thử (7.1) bằng 10 ml nước.

7.3 Tiến hành xác định.

7.3.1 Phân mẫu thử được phá mẫu bằng phương pháp khô.

7.3.1.1 Chuẩn bị đồ thị hiệu chuẩn.

Pha loãng dung dịch sắt chuẩn (4.5) với dung dịch axit clohidric (4.4) để thu được bốn dung dịch riêng biệt có hàm lượng sắt tương ứng : 0,4 mg/l ; 0,8 mg/l ; 1,2 mg/l ; 1,6 mg/l.

Phun lần lượt từng dung dịch này vào ngọn lửa của quang phổ kế (5.9), tới một tốc độ mà đạt giá trị hấp thụ cao nhất đối với dung dịch có hàm lượng sắt 1,6 mg/l.

Giữ nguyên tốc độ phun không đổi trong suốt quá trình chuẩn bị đồ thị chuẩn. Phun nước khắp đầu đốt sau mỗi lần đo.

Ghi các giá trị hấp thụ tương ứng và dựng đồ thị hiệu chuẩn.

7.3.1.2 Phun dung dịch.

Phun vào ngọn lửa của quang phổ kế (5.9), với cùng một tốc độ như đã áp dụng trong 7.3.1.1, dung dịch mẫu thử thu được trong 7.2.1 và dung dịch mẫu trắng thu được trong 7.2.3. Ghi các giá

¹ Đối với một vài sản phẩm nhất định, có thể dùng 10ml axit sunfuric, trong trường hợp này nồng độ của axit sunfuric để dùng chuẩn bị đường cong chuẩn (7.3.2.1) phải được điều chỉnh cho phù hợp.

trị hấp thụ tương ứng.

Nếu độ hấp thụ của dung dịch mẫu thử lớn hơn của dung dịch đậm đặc nhất được dùng để chuẩn bị đồ thị hiệu chuẩn, thì pha loãng dung dịch thử với dung dịch axit clohidric (4.4) và đo độ hấp thụ.

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

7.3.2 Phần mẫu thử được phân huỷ bằng phương pháp ướt.

7.3.2.1 Chuẩn bị đồ thị hiệu chuẩn.

Pha loãng dung dịch sắt chuẩn (4.5) với nước để có được bốn dung dịch riêng biệt có hàm lượng sắt tương ứng là : 4 mg/l, 8 mg/l, 12 mg/l và 16 mg/l.

Lấy 4 bình định mức 1 vạch dung tích 50ml (5.4), cho vào mỗi bình 5 ml của mỗi một dung dịch trên. Thêm khoảng 35 ml nước và sau đó thêm 5 ml axit sunfuric (4.1). Lắc đều, để nguội và pha loãng tới vạch bằng nước. Lắc đều. Hàm lượng sắt của các dung dịch này tương ứng là : 0,4 mg/l ; 0,8 mg/l ; 1,2 mg/l ; 1,6 mg/l.

Phun lần lượt từng dung dịch này vào ngọn lửa của quang phổ kế (5.9), tới mức đạt giá trị hấp thụ cao nhất đối với dung dịch có hàm lượng sắt 1,6 mg/l.

Giữ tốc độ phun hơi không đổi trong suốt quá trình chuẩn bị đồ thị chuẩn. Sau mỗi lần đo, phun rửa hệ thống đầu đốt.

Ghi các giá trị của độ hấp thụ tương ứng và dựng đồ thị hiệu chuẩn.

7.3.2.2 Phun dung dịch.

Phun vào ngọn lửa của quang phổ kế (5.9) với cùng một tốc độ như đã sử dụng trong 7.3.2.1, dung dịch thử thu được ở 7.2.2 và dung dịch thử trắng thu được ở 7.2.3. Ghi các độ hấp thụ tương ứng.

Nếu độ hấp thụ của dung dịch thử lớn hơn độ hấp thụ của dung dịch đậm đặc nhất được dùng để chuẩn bị đồ thị chuẩn thì pha loãng dung dịch thử với dung dịch axit sunfuric 10% (V/V) và đo độ hấp thụ.

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

8 Biểu thị kết quả

8.1 Phương pháp tính.

TCVN 6540 : 1999

Hàm lượng sắt của mẫu, tính bằng miligam/kilogam sản phẩm, được tính bằng công thức sau :

$$\frac{C_1 - C_2}{m_0} \times 50$$

trong đó :

C_1 là hàm lượng sắt của dung dịch mẫu thử, tính bằng miligam/lít, đọc trên đồ thị chuẩn.

C_2 là hàm lượng sắt của dung dịch mẫu trắng, tính bằng miligam/lít, đọc trên đồ thị chuẩn.

m_0 là khối lượng của phần mẫu thử, tính bằng gam.

Nếu dung dịch thử đã được pha loãng, thì phải tính cả hệ số pha loãng.

Nếu muốn biểu thị hàm lượng sắt theo chất khô, thì phải đưa cả độ ẩm của mẫu vào công thức tính toán.

8.2 Độ lặp lại.

Chênh lệch giữa kết quả của 2 lần xác định, tiến hành đồng thời hoặc kế tiếp nhau do cùng một người phân tích trên cùng một mẫu, không được vượt quá 10% (tương đối) giá trị trung bình.

9 Báo cáo kết quả

Báo cáo kết quả phải chỉ rõ phương pháp đã áp dụng và kết quả thu được, nêu rõ phương pháp biểu thị kết quả đã dùng. Báo cáo cũng sẽ phải đề cập toàn bộ các chi tiết thao tác không nêu trong tiêu chuẩn này hoặc tùy ý lựa chọn, cùng với mọi chi tiết bất thường xảy ra làm ảnh hưởng đến kết quả.

Báo cáo kết quả sẽ phải bao gồm toàn bộ các thông tin cần thiết cho việc nhận biết hoàn toàn mẫu thử.
