

ĐỒ HỘP

**Xác định hàm lượng kẽm
bằng phương pháp trắc quang**

Консервы Canned foods.
Спектрофотометрия Determination
методом определения of zinc content by
содержания цинка photometric method

**TCVN
1979 - 88**

**Có hiệu lực
từ 1-1-1990**

Tiêu chuẩn này thay thế TCVN 1979-77 và phù hợp với
ST-SEV 5339-85

1. NỘI DUNG PHƯƠNG PHÁP

Loại trừ ảnh hưởng của các nguyên tố cản trở bằng natri thiosunfat rồi dùng thuốc thử dithizon tạo phức màu đỏ với kẽm. Chiết phức này bằng tetraclorua cacbon rồi đo mật độ quang của dung dịch chiết.

2. QUY ĐỊNH CHUNG

Theo TCVN 1976-88

3. THIẾT BỊ DỤNG CỤ

Máy trắc quang:

Bình định mức 100, 500, 1000 ml,

Ống hút 1, 2, 5, 10, 20 ml,

Phễu chiết chia độ, 250 ml ;

Ống nghiệm nút mài chia độ 15 ml.

4. THUỐC THỬ VÀ DUNG DỊCH

Axit clohidric, $d = 1,19$ g/ml và dung dịch (1 + 3)

Axit sunfuric, $d = 1,84$, các dung dịch (1 + 5) và IN ;

Phenol đỏ (phenol sunfophtalein) $C_{19}H_{14}O_5S$, dung dịch 0,1% hòa tan 0,1 g phenol đỏ trong 2,85 ml natri hidroxit 0,4% và thêm nước đến 100 ml.

Amoni hidroxit, $d = 0,91$ g/ml, dung dịch (1 + 50) và (1 + 1) Natri hidroxit, dung dịch 0,4%.

Natri thiosunfat ($Na_2S_2O_3$) dung dịch 25%.

Dung dịch đệm natri axetat chuẩn bị như sau: pha 1 lít dung dịch axit axetic 1N, thêm 60 g natri axetat, lắc cho tan.

Tetra clorua cacbon

Dithizen, dung dịch đặc 0,02% chuẩn bị theo TCVN 1978 - 88 điều 4 Dithizon, dung dịch loãng, (0,004%), chuẩn bị theo TCVN 1978 - 88 điều 4.

Kẽm kim loại hay kẽm axit (ZnO).

Kẽm clorua ($ZnCl_2$) hay kẽm sunfat ($ZnSO_4$) dung dịch gốc (0,5 mg/ml), chuẩn bị như sau: hòa tan 0,5 g kẽm hạt trong 20 ml axit clohidric đặc hoặc lấy 0,622 g kẽm oxit đã nung đến khối lượng không đổi, dùng 1 ml dung dịch axit sunfuric (1 + 5) tầm ướt, sau 10 phút thêm 10 ml nước và đun trên bếp cách thủy cho đến khi kẽm oxit tan hoàn toàn. Trong cả hai trường hợp, chuyển hết dung dịch vào bình định mức 1 l. thêm nước đến vạch mức.

Dung dịch kẽm pha loãng (15 g/ml) chuẩn bị bằng cách lấy 10 ml dung dịch gốc trên, thêm 3—4 ml axit clohydric và thêm nước đến 1 l. Chuẩn bị dung dịch này dùng từng ngày.

5. CHUẨN BỊ THỬ

5.1. Cân khoảng 25 - 30 g mẫu hoặc dùng ống hút lấy 25 - 30 ml mẫu, và cơ hóa theo TCVN 4622—88

5.2. Xây dựng đồ thị chuẩn

Lấy 5 phễu chiết chia độ, dùng ống hút cho vào đó 0,5; 1; 2; 3; 4; ml dung dịch kẽm loãng, thêm dung dịch axit sunfuric (1 + 5) đến 20 ml. Cho vào mỗi phễu 2 giọt dung dịch phenol đỏ và trung hòa bằng dung dịch amoni hidroxit đặc cho đến khi có màu đỏ (pH = 7,8 - 8,3). Thêm vài giọt dung dịch H_2SO_4 1N đến khi chất chỉ thị lại bắt đầu chuyển sang vàng. Làm nguội dung dịch thỉnh thoảng hé mở nút phễu. Sau khi dung dịch đã

ngươi hẳn thêm 15 ml dung dịch đậm natri axetat, thêm 1 ml dung dịch natri thiosunfat sau đó cho vào phễu 0,5 - 1 ml dung dịch dithizon loãng, lắc cẩn thận.

Thảo dung dịch chiết màu đỏ sang ống nghiệm chia độ có nút mài, đầy nút, tránh ánh sáng dọi vào, tốt nhất là bọc ống nghiệm bằng giấy nhôm hay giấy thiếc.

Lập lại quá trình chiết cho đến khi thêm lượng dithizon mới vào dung dịch vẫn có màu xanh. Góp chung các phần dung dịch chiết, cho thêm phần dung dịch dithizon có màu xanh vào lắc cẩn thận, sau đó thêm tetraclorea cacbon vào ống nghiệm. Lấy 5 ml dung dịch này cho vào ống nghiệm khô khác, thêm tetraclorea cacbon đến 10 ml. Đo mật độ quang của dung dịch chuẩn ở $\lambda_{\max} = 538 \text{ nm}$, dung dịch so sánh là tetraclorea cacbon.

Tiến hành thí nghiệm kiểm tra với lượng thuốc thử và điều kiện như trên nhưng dung dịch không có kẽm.

Lấy mật độ quang đo được ở trên trừ mật độ quang ở thí nghiệm kiểm tra rồi vẽ đồ thị chuẩn.

Nên xây dựng đường chuẩn dùng cho từng ngày.

5.3. Nếu lượng kẽm trong dung dịch phân tích nhỏ hơn $5 \mu\text{g}$ thì khi xây dựng đường chuẩn cũng dùng ống hút lấy 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; và 0,8 ml dung dịch kẽm pha loãng ($5 \mu\text{g/ml}$) cho vào các phễu chiết chia độ. Tiến hành tiếp theo điều 5.2 nhưng sau khi chiết không pha loãng dung dịch.

6. TIẾN HÀNH THỬ

Tùy theo lượng kẽm dự kiến có trong mẫu, lấy toàn bộ dung dịch sau khi vô cơ hóa hoặc 1 phần dung dịch chứa từ 2 - 20 μg kẽm cho vào phễu chiết chia độ. Thêm nước đến 20 ml. Thêm 2 giọt dung dịch chỉ thị phenol đỏ và trung hòa bằng dung dịch amoni hidroxit (1 + 1) đến khi bắt đầu có màu hồng. Axit hóa dung dịch bằng 2,5 ml $\text{H}_2\text{SO}_4 \text{ 1N}$, thêm 4 ml dung dịch dithizon 0,004 %, lắc mạnh 2 - 3 phút, để yên, tách phần dưới chứa phức đồng dithizonat màu đỏ tím bỏ đi. Tiếp tục lắc dung dịch với dung dịch dithizon, mỗi lần dùng 1 ml cho đến khi thêm lượng dithizon mới và lắc mà màu dithizon vẫn xanh, bỏ dung môi hữu cơ.

Thêm vào dung dịch nước 2 ml tetraclorea cacbon và lắc 1 phút. Bỏ lớp dung môi hữu cơ. Lặp lại thao tác này một lần nữa.

Sau đó, thêm từng giọt dung dịch amoni hiđroxit (1 + 1) vào dung dịch cho đến khi có màu đỏ, thêm vài giọt dung dịch axit sunfuric 1N cho đến khi dung dịch lại có màu vàng.

Tiếp tục tiến hành như ở điều 5.2.

(Nếu lượng kẽm trong dung dịch phân tích bé hơn 5 μg thì sau khi chiết không pha loãng dung dịch bằng tetraclorea cacbon).

Tiến hành thí nghiệm kiểm tra qua tất cả các giai đoạn với lượng thuốc thử và điều kiện như trong quá trình phân tích trên, nhưng dung dịch không có kẽm.

Hiệu chỉnh mật độ quang ở thí nghiệm kiểm tra rồi theo đồ thị chuẩn tìm hàm lượng kẽm trong dung dịch phân tích.

7. TÍNH KẾT QUẢ

7.1. Hàm lượng kẽm (X) tính bằng mg/kg theo công thức:

$$X = \frac{m \cdot V_1}{m_1 \cdot V_2}$$

Trong đó: m – Lượng kẽm trong dung dịch phân tích, tìm được theo đồ thị chuẩn, μg .

m_1 – Lượng cân mẫu, g.

V_1 – Thể tích dung dịch sau khi vô cơ hóa, ml

V_2 – Thể tích phần dung dịch lấy để phân tích, ml

7.2. Nếu mẫu là chất lỏng và thể tích mẫu đã lấy là V_0 (ml), thì hàm lượng kẽm (X) tính bằng mg/l mẫu theo công thức trên nhưng thay m_1 bằng V_0 .

7.3. Kết quả phân tích là trung bình cộng của kết quả hai lần xác định song song.

Khi lượng kẽm trong dung dịch phân tích nằm trong khoảng 2 – 20 μg , hai kết quả này không được chênh nhau quá 10% kết quả trung bình.