

ĐỒ HỘP Xác định hàm lượng sắt bằng phương pháp trắc quang		TCVN 1980 — 88
Консервы Спектрофотометрический метод определения содержания железа	Canned foods Determination of iron content by photometric method	Có hiệu lực từ 1-1-1990

Tiêu chuẩn này thay thế TCVN 1980 — 77 và phù hợp với ISO 5517 — 79

1. NỘI DUNG PHƯƠNG PHÁP

Khử ion Fe(III) thành Fe(II) hidrôxilamin clorua. Sau đó dùng 1,10 phenantrolin tạo phức màu đỏ với Fe(II) trong dung dịch đậm rồi đo mật độ quang của dung dịch phức này.

2. QUY ĐỊNH CHUNG

Theo TCVN 1976 — 88

3. THIẾT BỊ DỤNG CỤ

Máy trắc quang;
Máy đo pH;
Bình Ken đan, 300 hoặc 500ml;
Ống hút, 5; 10; 20ml;
Buret, 50ml khắc vạch 0,1ml
Bình định mức: 50; 100ml;
Cốc đốt, 50ml

4. THUỐC THỬ VÀ DUNG DỊCH

Axit sunfuric, $d = 1,84$ g/ml
Axit nitric, $d = 1,4$ g/ml và dung dịch (1 + 1);

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

Natri axetat ($\text{NaCH}_3\text{COO} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$), dung dịch 450g/l và dung dịch 272g/l (2M)

1,10 phenantrolin, dung dịch 10g/l, : hòa tan 1g 1,10 phenantrolin vào 80 ml nước đun nóng đến 80°C , thêm 50 ml HCl (1 + 1), chuyển sang bình định mức 100 ml để nguội, thêm nước đến vạch mức, lắc đều. Bảo quản dung dịch ở chỗ mát tránh ánh sáng. có thể dùng được trong vài tuần.

Cũng có thể dùng một lượng clorua phenantrolin, tương ứng (dễ tan trong nước nguội) thay cho 1,10 phenantrolin.

Dung dịch chuẩn Fe nồng độ 0,020g/l, chuẩn bị theo một trong hai cách sau :

– Cân 0,8636g phen sắt – amon $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{Fe}(\text{SO}_4)_3 \cdot 24\text{H}_2\text{O}$, cho vào cốc, thêm 5 ml axit sunfuric, thêm nước để hòa tan – Chuyển hết dung dịch vào bình định mức 500 ml tráng sạch cốc cho vào bình định mức rồi thêm nước đến vạch mức, lắc đều.

Dùng ống hút lấy 50 ml cho vào bình định mức 500 ml thêm nước đến vạch mức, lắc đều.

– Hoặc cân 0,2000g dây sắt, loại tinh khiết để phân tích, hòa tan trong 20 ml axit clohidric và thêm 50 ml nước. Chuyển hết dung dịch này sang bình định mức 1000 ml, thêm nước đến vạch và lắc đều.

Dùng ống hút lấy 50ml dung dịch cho vào bình định mức 500ml, thêm nước đến vạch và lắc đều.

5. CHUẨN BỊ THỬ

5.1. Cân khoảng 10g mẫu hoặc dùng ống hút lấy 10ml mẫu, vô cơ hóa theo TCVN 4622-88

Nếu vô cơ hóa theo phương pháp khô thì dùng 5ml axit sunfuric để tẩm ướt và hòa tan tro. Sau đó chuyển dung dịch sang bình định mức 100ml, thêm nước đến vạch mức.

5.2. Xây dựng đồ thị chuẩn

Lấy 7 bình định mức dung tích 100ml, cho vào đó các thể tích tương ứng của dung dịch chuẩn Fe: 0,5; 10; 20; 30; 40; 50ml và 2ml axit clohidric. Thêm nước đến vạch mức, lắc đều.

Lấy 7 bình định mức khác, dung tích 50ml. Lấy ở mỗi bình trên 20ml dung dịch, tương ứng với 0; 20; 40; 80; 120; 160 và 200 μ g sắt cho vào các bình định mức này

Thêm vào mỗi bình 5ml dung dịch hidroxilamoni clorua, lắc. Thêm vào mỗi bình 3,5ml dung dịch natri axetat 2M 2ml dung dịch 1,10 phenantrolin, thêm nước đến vạch mức và lắc đều. Để yên 5 phút, lắc.

Đo mật độ quang của dung dịch ở bước sóng $\lambda_{\max} = 508\text{nm}$ dùng dung dịch có đầy đủ các thuốc thử và không chứa sắt làm dung dịch so sánh (dung dịch « 0 »)

Vẽ đồ thị chuẩn

5.3. Thử sơ bộ để xác định thể tích dung dịch đệm cần dùng.

Tùy theo lượng sắt dự kiến có trong mẫu, dùng ống hút lấy một phần dung dịch (V_1) sau khi vô cơ hóa, cho vào cốc dung tích 50ml, nếu cần thì thêm 20ml nước, thêm 5ml dung dịch hidroxilamoni clorua.

Cho dung dịch natri axetat nồng độ 450g/l vào buret nhỏ dần vào cốc trên cho đến khi pH nằm trong khoảng 3,5 — 4,5 (đo ở máy đo pH)... Ghi thể tích V_2 đã dùng.

6. TIẾN HÀNH THỬ

Lấy một thể tích bằng V_1 ở dung dịch sau khi vô cơ hóa cho vào bình định mức dung tích 50ml, thêm khoảng 20ml nước 5ml dung dịch hidroxilamoni clorua và V_2 ml dung dịch natri axetat (xem 5.3.) để có pH = 3,5 — 4,5.

Thêm 2ml dung dịch 1,10 phenantrolin và thêm nước đến vạch mức lắc đều, để yên 5 phút.

Đo mật độ quang của dung dịch ở $\lambda = 508\text{nm}$, với dung dịch so sánh chứa toàn bộ các lượng thuốc thử như ở mẫu phân tích nhưng không có sắt. Theo đồ thị chuẩn, tìm lượng sắt có trong dung dịch phân tích.

7. Tính kết quả

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

$$X = \frac{m.100}{V_1.m_1}$$

trong đó:

m — lượng sắt trong dung dịch phân tích, tìm được theo đồ thị chuẩn, μg ;

m_1 — lượng cân mẫu, g

V_1 — 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 sắt (X) tính bằng mg/l mẫu theo công thức trên nhưng thay m_1 bằng V_0 .

7.3. Kết quả là trung bình cộng kết quả hai lần xác định song song. Hai kết quả này không được chênh lệch quá 3% kết quả trung bình.