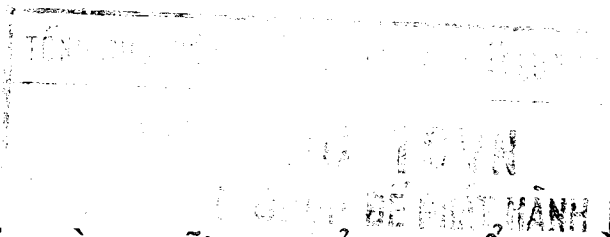


TCVN 6541 : 1999

ISO 7952 : 1994



**RAU QUẢ VÀ NHỮNG SẢN PHẨM TỪ RAU QUẢ.
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG ĐỒNG - PHƯƠNG PHÁP
QUANG PHỔ HẤP THỤ NGUYÊN TỬ NGỌN LỬA**

*Fruits, vegetables and derived products - Determination of copper content -
Method using flame atomic absorption spectrometry*

Lời nói đầu

TCVN 6541 : 1999 hoàn toàn tương đương với ISO 7952 : 1994

TCVN 6541 : 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 những sản phẩm từ rau quả. Xác định hàm lượng đồng - Phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa.

Fruits, vegetables and derived products - Determination of copper content - Method using flame atomic absorption spectrometry

1 Phạm vi áp dụng

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

2 Tiêu chuẩn trích dẫn

ISO 5515-1979 : Rau quả và sản phẩm rau quả - Phân hủy chất hữu cơ, trước khi 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 Cu^{2+} bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa.

4 Thuốc thử

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

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

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

4.3 Axit clohydric pha loãng 1+1 (V/V).

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

4.4 Axit clohydric, dung dịch khoảng 0,1 mol/l.

TCVN 6541 : 1999

Cho 17 ml axit clohydric loãng (4.3) vào bình định mức 1 vạch dung tích 100 ml và thêm nước cho tới vạch. Lắc đều.

4.5 Đồng, dung dịch chuẩn tương đương với 1g đồng trong 1 lít.

Hòa tan 3,929 g đồng sunfat ngậm 5 phân tử nước ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) vào nước cất 2 lần trong 1 bình định mức 1 vạch dung tích 1000ml. Thêm nước cho đến vạch và lắc đều.

Bảo quản dung dịch này trong chai thủy tinh bosilicat có nút thủy tinh mài.

1ml dung dịch chuẩn này chứa 1mg đồng.

Cũng có thể chuẩn bị 1 dung dịch chuẩn theo những cách sau :

a) Hòa tan 1,000g đồng kim loại vào 50ml dung dịch axit nitric 5 mol/l trong bình định mức dung tích 1000ml. Thêm nước cất hai lần cho đến vạch và lắc đều. Bảo quản dung dịch này trong chai polyetylen.

b) Hòa tan 3,798g đồng nitrat ngậm 3 phân tử nước [$\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$] vào 250ml nước cất hai lần trong bình định mức dung tích 1000ml. Thêm nước cất hai lần cho tới vạch và lắc đều. Bảo quản dung dịch này trong chai polyetylen.

5 Thiết bị, dụng cụ

Trước khi sử dụng, rửa các đĩa và tất cả dụng cụ thủy tinh bằng axit nitric đậm đặc (4.2) ấm (70°C đến 80°C) và tráng bằng nước cất 2 lần.

Sử dụng dụng cụ thông thường của phòng thí nghiệm, đặc biệt là :

5.1 Máy nghiền cơ học, bên trong của máy và các dao nghiền được phủ bằng polytetrafluoroetylen.

5.2 Bình cầu đáy tròn có dung tích 250 ml, 500 ml hoặc 1000 ml.

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

5.4 Bình định mức dung tích 50ml.

5.5 Pipet, có các dung tích thích hợp.

5.6 Ống li tâm, có dung tích 30 ml với nút chịu axit.

5.7 Nồi cách thủy, có thể duy trì ở nhiệt độ 20°C đến điểm sôi.

5.8 Lò nung điện, có thể duy trì nhiệt độ $525^\circ\text{C} \pm 25^\circ\text{C}$, và tốt nhất là lò có thể điều chỉnh nhiệt

độ tăng dần từ 20°C đến 525°C ± 25°C.

5.9 Máy li tâm phòng thí nghiệm, có thể duy trì tần số quay 1600 vòng/phút và thích hợp cho việc sử dụng các ống li tâm (5.6).

5.10 Máy đo quang phổ hấp thụ nguyên tử, có 1 đầu đốt không khí axetylen, thích hợp đo ở bước sóng 324,7nm.

5.11 Cân phân tích, có thể cân chính xác đến ± 0,01g.

6 Chuẩn bị mẫu thử

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

Các sản phẩm đông lạnh hoặc đông lạnh sâu phải được làm tan giá trước trong 1 bình kín và cho chất lỏng tan chảy này vào sản phẩm trước khi trộn.

7 Cách tiến hành

7.1 Phân mẫu thử.

7.1.1 Các sản phẩm lỏng đồng nhất.

Dùng 1 pipet hút 10ml mẫu thử (điều 6).

7.1.2 Các sản phẩm lỏng sánh, sản phẩm dạng không đồng nhất, dạng nhuyền, dạng rắn hoặc dạng khô.

Cân 1g đến 10g mẫu thử (điều 6) chính xác đến 0,01g, tùy theo bản chất của sản phẩm.

7.2 Phân hủy mẫu thử.

Sự phân hủy có thể được thực hiện bằng phương pháp khô hoặc ướt.

7.2.1 Phân hủy mẫu thử bằng phương pháp khô.

7.2.1.1 Cho mẫu thử (7.1) vào 1 đĩa (5.3) rồi tiến hành theo 7.2.1.2 hoặc 7.2.1.3.

7.2.1.2 Đặt đĩa có mẫu thử lên nồi cách thủy (5.7) ở 20°C. Nâng nhiệt từ từ đến điểm sôi (nhằm tránh tổn thất do đun nóng quá nhanh), rồi làm bốc hơi đến khô.

Tiếp tục phân hủy trong lò nung (5.8) ở nhiệt độ 525°C.

7.2.1.3 Nếu lò nung điện (5.8) có thể điều chỉnh được nhiệt độ tăng dần dần từ 20°C đến

TCVN 6541 : 1999

525°C, điều này thích hợp hơn cho việc đặt đĩa mẫu trực tiếp trong lò nung điện đã được lên chương trình.

Chú thích 1 _ Làm khô phần mẫu thử bằng lò nung có nhiệt độ đã được lập trình thích hợp hơn phương pháp bay hơi trên nồi cách thủy, vì tránh được mất nước do đun nóng quá nhanh.

7.2.1.4 Nếu vẫn còn các hạt than thì thêm vài giọt axit nitric (4.2), làm bay hơi trên nồi cách thủy (5.7) [hoặc trong lò nung (5.8) ở nhiệt độ dưới 100°C] rồi nung nóng trong lò nung từ 525°C cho đến khi tro biến thành màu trắng.

7.2.1.5 Hòa tan tro trong khoảng 1 ml - 2 ml dung dịch axit clohydric (4.4).

Chú thích 2 _ Sự phân hủy này giúp cho việc chuyển những muối vô cơ thành clorua có thể tách ra một cách dễ dàng.

Chuyển dần dần dung dịch tro sang ống li tâm (5.6), tráng đĩa với khoảng 20ml dung dịch axit clohydric (4.4), li tâm.

Chuyển phần chất lỏng ở phía trên vào 1 bình định mức dung tích 50ml (5.4). Dùng 10 ml dung dịch axit clohydric pha loãng phần còn lại trong ống li tâm, li tâm lần nữa, chuyển phần chất lỏng phía trên vào bình định mức. Pha loãng phần còn lại trong ống li tâm bằng 10 ml nước, li tâm, chuyển lớp chất lỏng phía trên vào bình định mức. Thêm nước cho đến vạch và trộn dung dịch này.

7.2.2 Phân hủy bằng phương pháp ướt.

Cho phần mẫu thử (7.1) vào 1 bình cầu đáy tròn có dung tích phù hợp với phần mẫu thử. Nếu phần mẫu thử chứa etanola thì loại bỏ etanola bằng cách cho bay hơi. Thêm 5ml axit nitric (4.2), đun nóng rồi cẩn thận thêm 5 ml axit sunfuric (4.1)¹. Sau đó tiến hành như đã mô tả trong ISO 5515 : 1979, điều 6.3.1, từ đoạn thứ 2 đến đoạn thứ 8.

Nhanh chóng kết thúc phân hủy, pha loãng dung dịch axit Sunfuric bằng vài mililit nước. Chuyển dần dần dung dịch này vào 1 ống li tâm (5.6), tráng bình bằng 10ml nước và hứng nước tráng này vào ống li tâm rồi li tâm nếu cần. Sau đó chuyển dịch lỏng phía trên vào một bình định mức 50ml (5.4). Dùng 10ml nước pha loãng cạn trong ống li tâm, li tâm 1 lần nữa rồi chuyển phần dịch lỏng phía trên bổ sung vào bình định mức. Nhắc lại quá trình pha loãng và li tâm với 10ml nước khác. Làm nguội dung dịch trong bình định mức, thêm nước cho đến vạch và lắc đều.

7.2.3 Thử mẫu trắng.

Chuẩn bị dung dịch mẫu trắng theo cùng trình tự phân hủy (7.2.1 hoặc 7.2.2) nhưng thay phần

¹ Đối với một vài sản phẩm nhất định, có thể dùng 10 ml axit sunfuric, nồng độ của axit sunfuric được dùng nên thay đổi cho thích hợp khi chuẩn bị đường cong chuẩn (7.3.2.1)

mẫu thử (7.1) bằng 10ml nước.

7.3 Tiến hành xác định.

7.3.1 Phân mẫu thử đã được phân hủy bằng phương pháp ướt.

7.3.1.1 Chuẩn bị đồ thị chuẩn.

Pha loãng dung dịch đồng chuẩn (4.5) bằng dung dịch axit clohydric (4.4.) để thu được 5 dung dịch có hàm lượng đồng tương ứng là 0,2mg/l ; 0,4 mg/l ; 0,6 mg/l ; 0,8 mg/l và 1 mg/l.

Lần lượt phun mỗi dung dịch hiệu chuẩn vào ngọn lửa của máy quang phổ (5.10.) ở mức sao để thu được giá trị hấp thụ tối đa đối với dung dịch có hàm lượng đồng 1 mg/l.

Chú ý giữ tốc độ phun ổn định trong suốt quá trình chuẩn bị đồ thị hiệu chuẩn. Phun nước qua đầu đốt sau mỗi lần đo. Ghi những giá trị hấp thụ tương ứng và vẽ đồ thị chuẩn.

7.3.1.2 Đo quang phổ.

Phun vào ngọn lửa của máy quang phổ (5.10) dung dịch mẫu thử 7.2.1 và dung dịch mẫu trắng 7.2.3 với cùng tốc độ như trong 7.3.1.1. Ghi các độ hấp thụ tương ứng. Độ hấp thụ của dung dịch mẫu trắng phải nhỏ hơn hoặc bằng 0,002.

Nếu độ hấp thụ của dung dịch mẫu thử lớn hơn độ hấp thụ của dung dịch có nồng độ cao nhất được sử dụng để chuẩn bị đồ thị chuẩn thì pha loãng dung dịch thử này với dung dịch axit clohydric (4.4.) khi cần và đo độ hấp thụ.

7.3.2 Mẫu thử được phân hủy bằng phương pháp ướt.

7.3.2.1 Chuẩn bị đồ thị chuẩn.

Pha loãng dung dịch đồng chuẩn (4.5) bằng nước để thu được 5 dung dịch có hàm lượng đồng tương ứng là : 2 mg/l, 4 mg/l, 6 mg/l, 8 mg/l và 10 mg/l.

Cho 5ml mỗi loại dung dịch này vào một loạt 5 bình định mức một vạch dung tích 50 ml (1 dung dịch cho 1 bình định mức). Thêm khoảng 30 ml - 35 ml nước và sau đó 5 ml axit sunfuric (4.1) vào mỗi bình. Lắc đều, để nguội rồi thêm nước đến vạch và lắc lần nữa.

Hàm lượng đồng trong các dung dịch này tương ứng là 0,2 mg/l ; 0,4 mg/l ; 0,6 mg/l ; 0,8 mg/l và 1,0 mg/l.

Lần lượt phun từng dung dịch này vào ngọn lửa của máy đo quang phổ (5.10), ở một tốc độ sao để thu được độ hấp thụ tối đa đối với dung dịch chứa hàm lượng đồng 1 mg/l.

Chú ý giữ tốc độ phun ổn định trong suốt quá trình chuẩn bị đồ thị chuẩn. Phun nước qua đầu đốt

TCVN 6541 : 1999

sau mỗi lần đo.

Ghi độ hấp thụ tương ứng và vẽ đồ thị hiệu chuẩn.

7.3.2.2 Đo quang phổ

Phun vào ngọn lửa của máy quang phổ (5.10), dung dịch mẫu thử 7.2.2 và dung dịch mẫu trắng 7.2.3 với cùng tốc độ như trong 7.3.2.1. Ghi các độ hấp thụ tương ứng.

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

Nếu độ hấp thụ của dung dịch mẫu thử lớn hơn độ hấp thụ của dung dịch có nồng độ cao nhất được sử dụng để chuẩn bị đồ thị chuẩn thì phải pha loãng dung dịch thử này bằng axit sunfuric 10% (V/V) khi cần và đo độ hấp thụ.

8 Tính kết quả

8.1 Đối với sản phẩm lỏng đồng nhất

Hàm lượng đồng của mẫu biểu thị bằng miligam trên lít sản phẩm theo công thức :

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

trong đó :

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

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

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

Nếu muốn biểu thị hàm lượng đồng của sản phẩm khô thì phải tính tới độ ẩm của mẫu.

8.2 Đối với những sản phẩm lỏng sánh, và những sản phẩm không đồng nhất, nhuyền, rắn hoặc sản phẩm khô

Hàm lượng đồng của mẫu cho 1kg sản phẩm biểu thị bằng miligam, theo công thức :

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

trong đó :

C_1 là hàm lượng đồng của dung dịch thử đọc từ đồ thị chuẩn tính bằng miligam trên lít.

C_2 là hàm lượng đồng của dung dịch mẫu trắng đọc từ đồ thị chuẩn tính bằng miligam trên lít.

m_0 là khối lượng của mẫu thử tính bằng gam.

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

Nếu muốn biểu thị hàm lượng đồng của những sản phẩm khô thì phải tính tới độ ẩm của mẫu.

9 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử riêng biệt thu được cùng một phương pháp thử, trên cùng vật liệu thử, trong cùng phòng thí nghiệm, do cùng một người sử dụng cùng thiết bị trong một khoảng thời gian ngắn không lớn hơn 10% giá trị trung bình cộng của hai kết quả.

10 Báo cáo kết quả

Báo cáo kết quả phải chỉ rõ :

- Phương pháp lấy mẫu, nếu biết.
- Phương pháp đã sử dụng.
- Kết quả thu được.
- Kết quả cuối cùng nếu độ lặp lại được kiểm tra.

Báo cáo cũng phải đề cập đến tất cả các chi tiết không nêu ra trong tiêu chuẩn này, hoặc được coi như tùy ý lựa chọn, cùng với những chi tiết của bất kỳ sự cố nào có thể ảnh hưởng tới kết quả.

Báo cáo kết quả cũng phải bao gồm tất cả những thông tin cần thiết cho việc nhận biết đầy đủ về mẫu.
