Lời nói đầu

TCVN 7769:2007 hoàn toàn tương đương với ISO 17240:2004;

TCVN 7769:2007 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, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Xuất bản lần 1

Sản phẩm rau, quả – Xác định hàm lượng thiếc

Phương pháp đo phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa

Fruit and vegetable products – Determination of tin content

Method using flame atomic absorption spectrometry

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định hàm lượng thiếc trong sản phẩm rau, quả có dải nồng độ từ 10 mg/kg đến 500 mg/kg, bằng đo phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa. Đây là phương pháp nhanh, đặc biệt thích hợp cho phép xác định thông thường đối với thiếc trong rau quả đóng hộp bị thôi nhiễm từ vỏ hộp. Phương pháp có thể được áp dụng với lượng mẫu thử có hàm lượng chất khô tổng số tối đa là 30 %. Sản phẩm có hàm lượng chất khô tổng số cao hơn có thể phân tích được bằng cách sử dụng lượng mẫu nhỏ hơn, sau khi pha loãng tương ứng với nước đã khử ion.

CHÚ THÍCH Phương pháp xác định thiếc trong các sản phẩm rau, quả dựa trên phương pháp NMKL số 126/1988 (xem [1]).

2 Nguyên tắc

Sản phẩm rau, quả được thủy phân trong axit clohydric ở 80 °C, và xác định hàm lượng thiếc bằng đo phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa.

3 Thuốc thử

Các thuốc thử được sử dụng phải là loại tinh khiết phân tích và nước được sử dụng là nước cất hoặc nước đã loại ion hoặc nước có độ tinh khiết tương đương, trừ khi có qui định khác.

3.1 Axit clohydric, đậm đặc (ρ_{20} = 1,19 g/ml).

3.2 Axit clohydric, loãng (c = 6 mol/l).

Pha loãng 50 ml axit clohydric đậm đặc (3.1) bằng nước tới 100 ml.

3.3 Thiếc, dung dịch chuẩn tương đương với 1,0 mg thiếc trên mililit.

4 Thiết bị, dụng cụ

Sử dụng các thiết bị, dụng cụ của phòng thử nghiệm thông thường và cụ thể sau:

4.1 Máy nghiền cơ, có lớp lót và các lưỡi dao được phủ polytetrafloroetylen (PTFE).

4.2 Hộp ổn nhiệt, hoặc thiết bị khác có thể tăng nhiệt nhanh và kiểm soát được nhiệt độ. Nhiệt độ yêu cầu chính xác là ± 3 °C.

4.3 Máy đo phổ hấp thụ nguyên tử, có một đầu đốt khí nitơ oxit/axetylen (5 cm), thích hợp để đo ở bước sóng 235,5 nm.

4.4 Đèn thiếc, đèn catốt rỗng hoặc đèn phóng điện không điện cực (EDL).

CHÚ THÍCH Khi sử dụng đèn EDL thì giới hạn phát hiện của phương pháp sẽ thấp đi nhiều.

4.5 Giấy lọc, Schleicher và Schull 589/1 (dải đen)[1)] hoặc loại tương đương.

4.6 Cân phân tích.

5 Lấy mẫu

Điều quan trọng là mẫu gửi đến phòng thử nghiệm phải đúng là mẫu đại diện và không bị hư hỏng hoặc biến đổi trong suốt quá trình vận chuyển và bảo quản.

6 Cách tiến hành

6.1 Chuẩn bị mẫu thử

Trộn kỹ mẫu phòng thử nghiệm. Nếu cần, trước hết loại bỏ hạt, vỏ cứng của hạt và cho mẫu phòng thử nghiệm qua máy nghiền cơ (4.1).

Cho sản phẩm lạnh đông hoặc lạnh đông sâu tan băng trong bình kín và chuyển toàn bộ nước tan ra vào máy trộn.

[1)] Schleicher và Schull 589/ (dải đen) là một ví dụ về sản phẩm thương mại thích hợp có sẵn. Thông tin này chỉ đưa ra tạo thuận tiện cho người sử dụng tiêu chuẩn và tổ chức ISO không ấn định phải sử dụng sản phẩm đó.

6.2 Phần mẫu thử

Cân 5 g mẫu thử (6.1), chính xác tới 0,001 g, cho vào ống thủy tinh thích hợp đối với hộp ổn nhiệt (4.2) hoặc cho trực tiếp vào bình định mức 50 ml.

6.3 Phân huỷ

Thêm 10 ml axit clohydric loãng (3.2). Ủ mẫu trong hộp ổn nhiệt trong 60 min hoặc trong bể ổn nhiệt đã gia nhiệt trước tới 80 °C ± 3 °C. Trong khi gia nhiệt, khuấy hỗn hợp khoảng từ ba lần đến bốn lần.

Chuyển mẫu thử vào bình định mức 50 ml, sau khi để nguội cho thêm nước đến vạch. Lọc mẫu qua giấy lọc (4.5). Dịch lọc đã chuẩn bị sẵn để đo phổ hấp thụ nguyên tử. Nên xác định trong khoảng từ 5 h đến 6 h hoặc giữ dịch chiết trong bình nhựa có gắn xi.

6.4 Phép thử trắng

Tiến hành phép thử thử trắng bằng cách chuyển 10 ml axit clohydric loãng (3.2) vào ống thủy tinh hoặc bình định mức và sử dụng quá trình phân huỷ (6.3) như đối với phần mẫu thử (6.2).

6.5 Xác định

6.5.1 Dựng đường chuẩn

Pha loãng dung dịch thiếc chuẩn (3.3) bằng cách thêm 10 ml axit clohydric đậm đặc (3.1) trên 100 ml, để thu được loạt dung dịch chuẩn thích hợp có nồng độ trong dải từ 3,0 mg/l đến 200 mg/l khi sử dụng đèn catốt rỗng, và trong dải từ 1,0 mg/l đến 200 mg/l khi sử dụng đèn EDL.

Bật ngọn lửa khí nitơ oxit/axetylen của máy đo phổ hấp thụ nguyên tử (4.3) theo hướng dẫn sử dụng của thiết bị và điều chỉnh dòng khí để nhận được dải đỏ khoảng 2 cm trên đầu đốt.

Phun lần lượt từng dung dịch này vào ngọn lửa của máy đo phổ (4.3). Sử dụng hỗn hợp của axit clohydric loãng và nước (tỷ lệ 1:9) làm mẫu trắng.

Ghi lại các giá trị độ hấp thụ tương ứng và vẽ đường chuẩn (độ hấp thụ dựa vào nồng độ thiếc tính theo miligam trên lít).

6.5.2 Đo phổ

Đặt dụng cụ đo vào điều kiện tối ưu đã được đặt trước, sử dụng ngọn lửa khí nitơ oxit/axetylen và bước sóng cộng hưởng 235,5 nm.

Phun vào ngọn lửa máy đo phổ (4.3) dung dịch mẫu thử (6.3) và dung dịch mẫu trắng (6.4). Ghi lại độ hấp thụ tương ứng.

7 Tính toán

Hàm lượng thiếc trong mẫu, *w*, biểu thị bằng miligam trên kilogam sản phẩm, được tính theo công thức sau đây:

$$w = \frac{(\rho - \rho_b) \times 50}{m}$$

trong đó

ρ là nồng độ thiếc của dung dịch thử đọc được từ đường chuẩn, tính bằng miligam trên lít;

ρ_b là nồng độ thiếc của dung dịch trắng đọc được từ đường chuẩn, tính bằng miligam trên lít;

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

8 Độ chụm

8.1 Khái quát

Độ chụm của phương pháp đã được kiểm chứng bằng các nghiên cứu cộng tác (13 phòng thử nghiệm) trong việc xác định thiếc trong hai mẫu sốt cà chua và hai mẫu nước táo (xem [1]).

Các thông số thống kê được biểu thị theo TCVN 6910-2 (ISO 5725-2) (xem [2]).

8.2 Độ lặp lại

8.2.1 Sốt cà chua

Mẫu 1: Hệ số biến thiên lặp lại là 4,3 %.

Mẫu 2: Hệ số biến thiên lặp lại là 2,4 %.

8.2.2 Nước táo

Mẫu 1: Hệ số biến thiên lặp lại là 1,078 %.

Mẫu 2: Hệ số biến thiên lặp lại là 0,406 %.

CHÚ THÍCH Hệ số này phụ thuộc vào hàm lượng thiếc trong mẫu và sẽ giảm khi hàm lượng thiếc tăng.

8.3 Độ tái lập

8.3.1 Sốt cà chua

Mẫu 1: Hệ số biến thiên tái lập là 12,0 %.

Mẫu 2: Hệ số biến thiên tái lập là 7,1 %.

8.3.2 Nước táo

Mẫu 1: Hệ số biến thiên tái lập là 9,4 %.

Mẫu 2: Hệ số biến thiên tái lập là 4,0 %.

CHÚ THÍCH Hệ số này phụ thuộc vào hàm lượng thiếc trong mẫu và sẽ giảm đi khi hàm lượng thiếc tăng.

9 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ:

a) mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu thử;

b) phương pháp lấy mẫu đã sử dụng, nếu biết;

c) phương pháp thử nghiệm đã dùng cùng với viện dẫn tiêu chuẩn này;

d) mọi chi tiết thao tác không được quy định trong tiêu chuẩn này hoặc những điều được coi là tuỳ ý cũng như các sự cố bất kỳ mà có thể ảnh hưởng đến kết quả;

e) kết quả thử nghiệm thu được hoặc nếu đáp ứng yêu cầu về độ lặp lại thì ghi kết quả cuối cùng thu được.

Thư mục tài liệu tham khảo

[1] Nordic Committee on Food Analysis No 126/1988. *Tin. Determination by atomic absorption in fruits and vegetables.*

[2] TCVN 6910-2:2001 (ISO 5725-2:1994), Độ chính xác (độ đúng và độ chụm) của phương pháp đo và kết quả đo. Phần 2: Phương pháp cơ bản xác định độ lặp lại và độ tái lập của phương pháp đo tiêu chuẩn..