

TCVN 5496:2007 thay thế TCVN 5496:1991;

TCVN 5496:2007 hoàn toàn tương đương với ISO 2447:1998;

TCVN 5496:2007 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.

1 Phạm vi áp dụng

Sản phẩm rau, quả – Xác định hàm lượng thiếc

Fruit and vegetable products – Determination of tin content

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng thiếc trong các sản phẩm rau quả.

Phương pháp này có thể áp dụng cho các sản phẩm trong 1 kg chứa nhiều nhất đến:

- 1,25 g đồng;
- 0,6 g chì;
- 6 g kẽm;
- 40 g phốt pho.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau là rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm ban hành thì áp dụng phiên bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm ban hành thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi.

ISO 5515 Fruits, vegetables and derived products – Determination of organic matter prior to analysis – Wet method (Rau quả và sản phẩm rau quả – Phân hủy các chất hữu cơ trước khi phân tích – Phương pháp ướt).

3 Nguyên tắc

Sau khi phân hủy các chất hữu cơ bằng axit sulfuric và axit nitric và chuyển hóa thiếc về dạng stanic, tạo thành một phức chất trong dung dịch đậm có pH 1,0 đến pH 1,2 (nếu cần thì sắt (III) sẽ được loại bằng cách khử với axit ascorbic). Phức chất này được nhuộm màu da cam với phenylfluron và màu này được so sánh với các màu thu được trong cùng điều kiện nhưng bắt đầu từ các dung dịch chuẩn của thiếc tinh khiết.

4 Thuốc thử

Chỉ sử dụng các thuốc thử thuộc loại phân tích. Nước được sử dụng phải là nước cất hoặc nước khử khoáng hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

4.1 Axit sulfuric (H_2SO_4), $\rho_{20} = 1,84$ g/ml.

4.2 Axit sulfuric loãng, $\rho_{20} = 1,25$ mol/l.

4.3 Axit ascorbic, 50 g/l dung dịch.

4.4 Axit nitric, $\rho_{20} = 1,42$ g/ml.

4.5 Axit clohydric, $\rho_{20} = 1,19$ g/ml.

4.6 Metanol.

4.7 Etanol, 95% (V/V).

4.8 Poly(vinyl ancol), 16 g/l dung dịch.

Hòa tan 16 g poly(vinyl ancol) trong một ít nước, có làm nóng nhẹ và khuấy. Pha loãng thành 100 ml sau khi để nguội.

4.9 Dung dịch đệm, chứa 450 g natri axetat (CH_3COONa) và 240 ml axit axetic (CH_3COOH) trong 1 lít nước.

4.10 Thiếc, dung dịch chuẩn I, chứa 500 $\mu g/ml$ trong môi trường axit sulfuric, xấp xỉ 3 mol/l.

Hòa tan bằng cách đun nóng 0,5 g thiếc tinh khiết trong hỗn hợp 50 ml axit sulfuric (4.1), 5 ml axit nitric (4.4) và 25 ml nước. Sau khi hòa tan hoàn toàn, oxi hóa thiếc đến dạng stanic bằng cách đun sôi cho đến khi xuất hiện khói trắng.

Để nguội, chuyển dung dịch vào bình định mức 1000 ml có sẵn 116 ml axit sulfuric (4.1) và 100 ml nước. Để nguội và pha loãng tới 1000 ml bằng nước.

CHÚ THÍCH Bằng cách khác, dung dịch chuẩn thiếc I (4.10) có thể chuẩn bị bằng cách pha loãng dung dịch chuẩn sẵn có thích hợp.

4.11 Thiếc, dung dịch chuẩn II, chứa 10 $\mu g/ml$ trong môi trường axit sulfuric, xấp xỉ 0,25 mol/l.

Chuyển 20 ml dung dịch thiếc chuẩn I (4.10) vào bình định mức 1000 ml, cho thêm 10 ml axit sulfuric (4.1) và pha loãng tới 1000 ml bằng nước.

4.12 Thuốc thử phenyl fluoron (2,6,7-trihydroxy-9-phenyl-3-isoxanton)

Hòa tan 0,1 g phenyl fluoron trong 10 ml metanol (4.6) và 1ml axit clohydric (4.5) trong trong bình định mức 500 ml. Pha loãng tới vạch bằng etanol (4.7).

Thuốc thử phải đựng trong lọ nâu, để chỗ tối và bảo quản không quá 1 tuần lễ.

5 Thiết bị, dụng cụ

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

5.1 **Bình định mức một vạch**, dung tích 50 ml, 200 ml và 500 ml.

5.2 **Pipet**, có thể phân phối 1 ml, 2 ml, 3 ml, 4 ml, 5 ml, 10 ml và 20 ml.

5.3 **Quang phổ kế** hoặc **máy so màu**, với kính lọc màu xanh gắn với 1 cuvet có đường quang 10 mm, có thể đo được ở bước sóng 500 nm đến 530 nm.

5.4 **Cân phân tích**, có thể cân chính xác đến 0,001 g.

6 Lấy mẫu

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

Việc lấy mẫu không qui định trong tiêu chuẩn này. Nếu chưa có tiêu chuẩn riêng về lấy mẫu cho sản phẩm rau quả, thì các bên có liên quan tự thoả thuận về vấn đề này.

7 Tiến hành

7.1 Chuẩn bị phần mẫu thử

Chuẩn bị theo ISO 5515, tốt nhất là cân một lượng khoảng 10 g, chính xác đến 0,01 g.

7.2 Phân hủy chất hữu cơ

Tiến hành phân hủy theo ISO 5515.

Thêm 5 ml axit sulfuric (4.1) vào dung dịch thu được sau phân hủy. Để nguội rồi chuyển vào bình định mức 200 ml (5.1) và pha loãng tới vạch mức bằng nước (dung dịch A).

7.3 Xác định

7.3.1 Dùng pipet (5.2) cho vào bình định mức 50 ml (5.1) một thể tích dung dịch A thích hợp như sau:

- 20 ml nếu hàm lượng thiếc trong mẫu dưới 50 mg/kg;
- 10 ml nếu hàm lượng thiếc trong mẫu trong khoảng 50 mg/kg và 125 mg/kg, pha loãng tới 20 ml bằng dung dịch axit sulfuric loãng (4.2);
- 5 ml nếu hàm lượng thiếc trong mẫu trên 125 mg/kg, pha loãng tới 20 ml bằng dung dịch axit sulfuric loãng (4.2).

7.3.2 Sau đó cho thêm theo thứ tự:

- 10 ml dung dịch đậm (4.9);
- 1 ml dung dịch axit ascorbic (4.3)¹⁾;
- 5 ml dung dịch poly (vinyl alcol) (4.8);
- 5 ml thuốc thử phenyl fluoron (4.12).

Lắc bình để tránh sự tạo thành bọt của poly(vinyl alcol). Để yên trong 5 phút.

Pha loãng bằng nước tới vạch mức và để yên 30 phút nữa sau đó tiến hành đo ở bước sóng 505 nm trên quang phổ kế hay máy so màu (5.3).

7.3.3 Tiến hành hai phép xác định trên cùng một mẫu đã được chuẩn bị để phân hủy chất hữu cơ (dung dịch A) (xem 7.2).

7.4 Dụng đường chuẩn

7.4.1 Cho vào một dãy 6 bình định mức 50 ml (5.1) mỗi bình có chứa 20 ml axit sulfuric loãng (4.2), các dung dịch thiếc II chuẩn (4.11) với các lượng như sau:

- 0 ml tương ứng với 0 µg thiếc;
- 1 ml tương ứng với 10 µg thiếc;
- 2 ml tương ứng với 20 µg thiếc;

¹⁾ Nếu hàm lượng sắt (III) nhỏ hơn hoặc bằng 25 mg/kg thì không cần thêm axit asco bic.

- 3 ml tương ứng với 30 µg thiếc;
- 4 ml tương ứng với 40 µg thiếc;
- 5 ml tương ứng với 50 µg thiếc;

7.4.2 Tiến hành như quy định ở 7.3.2.

7.4.3 Dựng đường chuẩn biểu thị sự khác nhau của mật độ quang theo hàm số của số microgam thiếc.

8 Biểu thị kết quả

Từ đường chuẩn, chuyển số liệu thu được ở 7.3.2 thành microgam thiếc.

Hàm lượng thiếc, tính bằng miligam trên kilogam sản phẩm được tính theo công thức sau đây:

$$\frac{m_1}{1000} \times \frac{200}{V} \times \frac{1000}{m_0} = \frac{m_1 \times 200}{V \times m_0}$$

trong đó

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

m_1 là khối lượng thiếc đọc được từ đường chuẩn, tính bằng gam;

V là thể tích của dung dịch A dùng để đo màu, tính bằng mililit (xem 7.3.1).

Kết quả là trung bình cộng của kết quả thu được từ hai phép xác định (7.3.3) nếu chênh lệch của chúng không vượt quá 5 % giá trị trung bình cộng.

9 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa các kết quả của hai phép thử đơn lẻ độc lập, thu được khi sử dụng cùng một phương pháp, trên vật liệu thử giống hệt nhau, trong cùng một phòng thử nghiệm do một người thực hiện, sử dụng cùng thiết bị, thực hiện trong một khoảng thời gian ngắn, không quá 5% trong trường hợp lớn hơn 5% giá trị trung bình cộng của hai kết quả.

Loại bỏ cả hai kết quả nếu sự chênh lệch vượt quá 5% giá trị trung bình cộng và tiến hành hai phép thử đơn lẻ mới.

10 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải nêu rõ:

- mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu thử;
- phương pháp lấy mẫu đã sử dụng, nếu biết;
- phương pháp thử nghiệm đã dùng cùng với viện dẫn tiêu chuẩn này;
- mọi chi tiết thao tác không được quy định trong tiêu chuẩn này hoặc những điều được coi là tùy ý cũng như các sự cố bất kỳ mà có thể ảnh hưởng đến (các) kết quả;
- kết quả thu được;
- nếu đáp ứng yêu cầu về độ lặp lại, thì ghi kết quả cuối cùng thu được.