

TCVN

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

TCVN 6841 : 2001

ISO 11813 : 1998

**SỮA VÀ SẢN PHẨM SỮA –
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG KẼM – PHƯƠNG PHÁP
ĐO PHỔ HẤP THỤ NGUYÊN TỬ NGỌN LỬA**

*Milk and milk products – Determination of zinc content –
Flame atomic absorption spectrometric method*

HÀ NỘI – 2001

Lời nói đầu

TCVN 6841 : 2001 hoàn toàn tương đương với ISO 11813 : 1998;

TCVN 6841 : 2001 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn TCVN/TC/F12 Sữa và sản phẩm sữa biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học, Công nghệ và Môi trường ban hành.

Sữa và sản phẩm sữa – Xác định hàm lượng kẽm – Phương pháp đo phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa

*Milk and milk products – Determination of zinc content –
Flame atomic absorption spectrometric method*

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp đo phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa để xác định hàm lượng kẽm trong sữa và sản phẩm sữa. Phương pháp này đã được công nhận có giá trị cho việc xác định hàm lượng kẽm trong sữa và sản phẩm sữa từ 25 mg/kg đến 70 mg/kg (theo khối lượng khô).

2 Tiêu chuẩn viện dẫn

TCVN 4851 – 89 (ISO 3696) Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử.

TCVN 6270 : 1997 (ISO 6732) Sữa và các sản phẩm sữa – Xác định hàm lượng sắt – Phương pháp quang phổ (phương pháp chuẩn).

3 Thuật ngữ và định nghĩa

Trong tiêu chuẩn này sử dụng định nghĩa sau đây :

3.1 Hàm lượng kẽm của sữa và sản phẩm sữa : Phần khối lượng của các chất xác định được bằng phương pháp qui định trong tiêu chuẩn này.

Chú thích – Hàm lượng kẽm được biểu thị bằng miligam trên kilogam.

4 Nguyên tắc

Mẫu được hoá tro trong lò nung có đặt chương trình. Hoà tan tro trong axit clohidric đậm đặc, sau khi thêm dung dịch stronti clorua thì pha loãng bằng nước. Đo hàm lượng kẽm trong dung dịch tạo thành

bằng đo phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa ở bước sóng 213,9 nm với hiệu chỉnh nền bằng đèn đơteri hoặc Zeeman.

5 Thuốc thử

Chỉ sử dụng các thuốc thử loại tinh khiết phân tích không chứa kẽm [trừ các dung dịch kẽm tiêu chuẩn (5.4)]. Chỉ sử dụng nước phù hợp với cấp hạng 2 của TCVN 4851 – 89 (ISO 3696).

Chú thích – Nếu không có qui định khác, thì nên sử dụng các thuốc thử Aristar, Suprapur hoặc Ultrex¹⁾ hoặc các sản phẩm thuốc thử có độ tinh khiết tương đương.

5.1 Axit clohidric (HCl), đậm đặc ($\rho_{20} = 1,17$ g/ml đến 1,18 g/ml).

5.2 Dung dịch stronti clorua

Hoà tan trong nước 38,0 g stronti clorua ngậm 6 nước ($\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) và pha loãng bằng nước đến 250ml.

Chú thích – Dung dịch thích hợp là Stronti clorua ngậm 6 nước từ BDH (Spectrosol)¹⁾ hoặc tương đương.

5.3 Axit nitric (HNO_3), đậm đặc ($\rho_{20} = 1,42$ g/ml).

5.4 Các dung dịch kẽm tiêu chuẩn

5.4.1 Dung dịch gốc, chứa 1000 mg kẽm trong một lít dung dịch axit nitric 0,3 mol/l (tương đương với 18,9 g/l axit nitric).

Chú thích – Dung dịch Baker 1,6946 chuyên dụng cho phân tích phổ hấp thụ nguyên tử¹⁾ là thích hợp.

5.4.2 Dung dịch làm việc, chứa 100 mg kẽm trong một lít. Cho 1 ml axit nitric (5.3) vào 10 ml dung dịch gốc (5.4.1) và pha loãng bằng nước đến 100 ml.

5.5 Dung dịch zero tiêu chuẩn

Sử dụng bình định mức 500 ml, dùng nước để pha loãng 2,5 ml axit clohidric (5.1) và 12,5 ml dung dịch stronti clorua (5.2) đến vạch 500 ml. Trộn kỹ.

6 Thiết bị, dụng cụ

Giữ các dụng cụ thủy tinh sạch trong axit nitric (10% phần khối lượng). Trước khi sử dụng dụng cụ được tráng ba lần bằng nước và tiếp đó tráng ba lần nữa bằng nước cất hai lần.

Sử dụng các thiết bị, dụng cụ phòng thí nghiệm thông thường và đặc biệt như sau :

¹⁾ Các thuốc thử Aristar, Suprapur, Ultrex và Spectrosol và dung dịch Baker Instra-analysed Atomic Spectral là những thí dụ của các sản phẩm thích hợp có bán sẵn. Thông tin này do người sử dụng cung cấp và tổ chức ISO không chứng nhận các sản phẩm này.

- 6.1 Chén nung thạch anh**, có nắp đậy bằng thạch anh, dung tích 50 ml.
- 6.2 Bình định mức một vạch**, dung tích 100 ml và 250 ml.
- 6.3 Pipet pitông dùng bằng tay**, dung tích 0,2 ml, 1,0 ml và 5,0 ml
- 6.4 Lò sấy**, có thể làm việc ở nhiệt độ $102\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$.
- 6.5 Lò nung có đặt chương trình**, hoặc tương đương, có thể đạt được nhiệt độ tối thiểu $550\text{ }^{\circ}\text{C}$ có lên chương trình nhiệt độ ở tốc độ tăng $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ trên giờ.
- Chú thích – Nếu không có lò nung có đặt chương trình, thì có thể chỉnh nhiệt độ của lò nung đẳng nhiệt ở tốc độ $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ trên giờ.
- 6.6 Bếp đun nóng**, có thể làm việc ở $100\text{ }^{\circ}\text{C}$.
- 6.7 Nồi cách thuỷ**, có thể đun sôi nước.
- 6.8 Máy đo phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa**, có thể đo ở bước sóng 213,9 nm với chiều rộng dải phổ khuyến nghị là 0,2 nm và đầu đốt khí axetylen/không khí một rãnh dài 10 cm và hiệu chỉnh nền bằng đèn detori hoặc Zeeman.
- 6.9 Cân phân tích**, có thể đọc chính xác đến 1 mg.

7 Lấy mẫu

Việc lấy mẫu không qui định trong tiêu chuẩn này. Nên lấy mẫu theo TCVN 6400 : 1998 (ISO 707).

Điều quan trọng là phòng thí nghiệm nhận được đúng mẫu đại diện và không bị hư hỏng hoặc bị biến đổi chất lượng trong suốt quá trình vận chuyển và bảo quản.

Bảo quản mẫu sao để tránh giảm chất lượng và thay đổi thành phần của mẫu. Nên chú ý tránh mẫu bị nhiễm bẩn kẽm.

8 Chuẩn bị mẫu thử

Chuẩn bị mẫu thử theo TCVN 6270 : 1997 (ISO 6732), tránh mẫu bị nhiễm bẩn kẽm.

9 Cách tiến hành

Chú thích – Nếu phải kiểm tra sự thoả mãn của độ lặp lại (11.2), thì thực hiện hai phép xác định độc lập theo 9.1 đến 9.3.

9.1 Phân mẫu thử

Cân $5\text{ g} \pm 1\text{ g}$ mẫu thử của sữa đã chuẩn bị, chính xác đến 1 mg (hoặc một lượng mẫu thử của sản phẩm sữa đã chuẩn bị tương đương với $0,5\text{ g} \pm 0,1\text{ g}$ khối lượng khô) cho vào chén nung thạch anh (6.1). Sấy khô chén đựng mẫu trong lò (6.4) ở $102\text{ }^\circ\text{C}$.

9.2 Hoá tro

Đốt chén nung thạch anh chứa mẫu đã sấy khô (9.1) trong lò nung (6.5) từ nhiệt độ phòng đến $500\text{ }^\circ\text{C}$ ở tốc độ tăng nhiệt độ là $50\text{ }^\circ\text{C}$ trên giờ. Giữ ở nhiệt độ $500\text{ }^\circ\text{C}$ trong 3 h.

Tiếp theo, để chén nung chứa mẫu nguội đến nhiệt độ môi trường trong tủ không chứa kẽm. Nếu không thu được tro trắng, thì dùng khoảng 0,5 ml nước để làm ướt tro và cho tiếp 3 giọt axit nitric (5.3).

Sấy khô cẩn thận trên bếp đun nóng (6.6) hoặc trên nồi cách thủy (6.7). Đốt lại 30 min trong lò nung (6.5) ở $500\text{ }^\circ\text{C}$.

9.3 Tiến hành xác định

9.3.1 Chuẩn bị dung dịch thử

Cho 0,5 ml nước và 0,5 ml axit clohidric (5.1) vào tro (9.2). Hoà tan tro bằng nước và chuyển tro đã hoà tan vào bình định mức 100 ml (6.2).

Dùng pipet pitông 5,0 ml (6.3) lấy 2,5 ml dung dịch stronti clorua (5.2) cho vào bình định mức chứa tro hoà tan. Pha loãng bằng nước đến vạch mức và trộn kỹ.

9.3.2 Đo phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa

Chỉnh phổ kế (6.8), đặt ở bước sóng 213,9 nm và vị trí ngọn lửa để có được độ chính xác và độ nhạy tối ưu.

9.3.2.1 Hiệu chuẩn

Cho vào bốn bình định mức 100 ml (6.2) tương ứng : 0,2 ml, 0,4 ml, 0,6 ml và 0,8 ml dung dịch kẽm làm việc (5.4.2). Pha loãng đến vạch bằng dung dịch zero tiêu chuẩn (5.5) và trộn kỹ. Các dung dịch hiệu chuẩn này chứa tương ứng 0,2 mg, 0,4 mg, 0,6 mg và 0,8 mg kẽm trong một lít.

Tiếp theo, hút dung dịch zero tiêu chuẩn (5.5) và bốn dung dịch hiệu chuẩn mỗi dung dịch bốn lần và tính giá trị trung bình của các độ hấp thụ.

Lấy các giá trị trung bình các độ hấp thụ của các dung dịch hiệu chuẩn trừ đi giá trị trung bình của độ hấp thụ của dung dịch zero tiêu chuẩn. Dựng đồ thị các giá trị hấp thụ thực thu được theo các nồng độ hiệu chuẩn tương ứng.

Chụ thích – Tùy thuộc vào điều kiện của dụng cụ, mà phép trừ có thể được thực hiện tự động.

9.3.2.2 Đo dung dịch mẫu

Đo dung dịch mẫu (9.3.1) ngay sau khi hiệu chuẩn phép đo, dưới cùng một điều kiện.

Nếu có dấu hiệu cao hơn chuẩn cao nhất, thì pha loãng dung dịch thử bằng dung dịch zero tiêu chuẩn (5.5) (hệ số pha loãng f) và lặp lại các phép đo.

Kiểm tra ngay dụng cụ và độ ổn định hiệu chuẩn bằng cách sử dụng dung dịch kẽm hiệu chuẩn 0.4 mg/l. Cũng thực hiện các phép đo hiệu chuẩn ở cuối các dãy đo và đối với các dãy đo rộng thì bổ sung phép đo hiệu chuẩn vào giữa các dãy đo.

Lặp lại mỗi phép đo bốn lần và tính trung bình của các giá trị này. Lấy giá trị trung bình thu được trừ đi giá trị hấp thụ trung bình của dung dịch zero tiêu chuẩn. Đọc nồng độ tương ứng từ đồ thị hiệu chuẩn (9.3.2.1).

10 Tính toán và biểu thị kết quả

Tính hàm lượng kẽm của mẫu theo công thức sau :

$$w_s = \frac{c_s \cdot f \cdot V}{m}$$

trong đó

w_s là hàm lượng kẽm của mẫu thử, tính bằng miligam trên kilogram;

c_s là nồng độ kẽm trong dung dịch thử, đọc từ đồ thị hiệu chuẩn (9.3.2.2), tính bằng miligam trên lít;

f là hệ số pha loãng [thể tích cuối cùng của dung dịch thử đã pha loãng (9.3.2.2) chia cho thể tích dung dịch thử ban đầu (9.3.1) được lấy để pha loãng];

V là thể tích dung dịch thử (9.3.1), tính bằng mililit ($V = 100$ ml);

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

11 Độ chính xác

11.1 Thử liên phòng thí nghiệm

Các giá trị về độ lặp lại và độ tái lập thu được từ các kết quả thử liên phòng thí nghiệm được tiến hành theo ISO 5725 [2,3]. Các chi tiết thử liên phòng thí nghiệm về độ chính xác của phương pháp được tổng kết trong phần tài liệu tham khảo [4].

TCVN 6841 : 2001

Các giá trị thu được từ thử liên phòng thí nghiệm này có thể không áp dụng cho các khoảng nồng độ và matrix khác với giá trị đã nêu.

11.2 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử nghiệm riêng rẽ thu được khi sử dụng cùng phương pháp, tiến hành trên vật liệu thử giống hệt nhau trong một phòng thí nghiệm, do một người thực hiện sử dụng cùng thiết bị, trong một khoảng thời gian ngắn, lớn hơn 7% trung bình cộng của hai kết quả không vượt quá 5% các trường hợp.

11.3 Độ tái lập

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử nghiệm riêng rẽ, thu được khi sử dụng cùng phương pháp, tiến hành thử trên vật liệu giống nhau trong các phòng thí nghiệm khác nhau, do các nhà phân tích khác nhau sử dụng các thiết bị khác nhau, lớn hơn 4 mg/kg hàm lượng chất khô của sản phẩm khô, vượt quá 5% các trường hợp.

12 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải chỉ ra :

- 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 đã dùng, viện dẫn tiêu chuẩn này;
- tất cả các chi tiết thao tác không qui định trong tiêu chuẩn này, cùng với các chi tiết bất thường nào khác có thể ảnh hưởng tới kết quả;
- kết quả thu được; hoặc
- nếu kiểm tra độ lặp lại, nêu kết quả thu được.

Phụ lục

Tài liệu tham khảo

- [1] TCVN 6400 : 1998 (ISO 707) Sữa và sản phẩm sữa – Lấy mẫu.
 - [2] ISO 5725-1:1994, Độ chính xác của các phương pháp đo và các kết quả – Phần 1 : Các nguyên tắc chung và định nghĩa.
 - [3] ISO 5725-2:1994, Độ chính xác của các phương pháp đo và các kết quả – Phần 2 : Phương pháp cơ bản để xác định độ lặp lại và độ tái lập của phương pháp đo chuẩn.
 - [4] Nghiên cứu cộng tác – Kẽm trong sữa và sản phẩm sữa. Tập san của IDF 306, 1995, tr.2-19.
 - [5] Koops J., Klomp H. và Westerbeek D., Netherlands Milk and Dairy J., 40, 1986, tr. 337-350.
-