

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 9941:2013

ISO 3946:1982

Xuất bản lần 1

**TINH BỘT VÀ SẢN PHẨM TINH BỘT –
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG PHOSPHO TỔNG SỐ –
PHƯƠNG PHÁP QUANG PHỔ**

*Starches and derived products – Determination of total phosphorus content –
Spectrophotometric method*

HÀ NỘI - 2013

Lời nói đầu

TCVN 9941:2013 hoàn toàn tương đương với ISO 3946:1982;

TCVN 9941:2013 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC/F18 Đường, mật ong và sản phẩm tinh bột biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Tinh bột và sản phẩm tinh bột - Xác định hàm lượng phospho tổng số - Phương pháp quang phổ

Starches and derived products - Determination of total phosphorus content - Spectrophotometric method

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp quang phổ để xác định hàm lượng phospho tổng số của tinh bột, gồm cả các dẫn xuất và các sản phẩm phụ, có hàm lượng phospho (P) dự kiến, không quá 5 % (khối lượng).

2 Định nghĩa

Trong tiêu chuẩn này sử dụng thuật ngữ và định nghĩa sau đây:

2.1

Hàm lượng phospho tổng số (total phosphorus content)

Lượng phospho xác định được theo các điều kiện qui định trong tiêu chuẩn này và được biểu thị bằng phần trăm khối lượng mẫu.

3 Nguyên tắc

Phân hủy các hợp chất hữu cơ bằng hỗn hợp sulpho-nitric và chuyển các phosphat thành ortho-phosphat.

Dùng chất khử để khử phosphomolybđat sinh ra xanh molybđen.

Đo quang phổ cường độ màu xanh của ống ở bước sóng 825 nm.

4 Thuốc thử

Trong quá trình phân tích, chỉ sử dụng các thuốc thử loại tinh khiết phân tích và chỉ sử dụng nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

TCVN 9941:2013

4.1 Thuốc thử sulpho-nitric

Chuẩn bị bằng cách trộn một phần thể tích dung dịch axit sulfuric, $\rho_{20} = 1,84 \text{ g/ml}$, [dung dịch 96 % (khối lượng)] và một phần thể tích axit nitric, $\rho_{20} = 1,38 \text{ g/ml}$, [dung dịch 65 % (khối lượng)].

4.2 Dung dịch axit nitric, $\rho_{20} = 1,38 \text{ g/ml}$, [65 % (khối lượng)].

4.3 Dung dịch axit ascorbic, 50 g/l.

Bảo quản dung dịch này trong tủ lạnh tối đa 48 h.

4.4 Dung dịch amoni molybđat, được chuẩn bị như sau:

Hòa tan 10,6 g amoni molybđat ngậm bốn phân tử nước $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ trong 500 ml nước đựng trong bình cầu 1 lít.

Thêm 500 ml dung dịch axit sulfuric 10 mol/l, trộn đều rồi để nguội đến nhiệt độ phòng.

4.5 Dung dịch natri hydroxit, 10 mol/l.

4.6 Dung dịch chuẩn phospho

4.6.1 Dung dịch gốc, chứa 100 mg P trên lít.

Cân 0,439 3 g kali dihydro orthophosphat khan, chính xác đến 0,5 mg rồi hòa tan trong nước. Chuyển định lượng vào bình định mức một vạch 1 000 ml.

Pha loãng đến vạch bằng nước và trộn đều.

1 ml dung dịch này chứa 100 μg P.

CHÚ THÍCH – Trước khi sử dụng, kali dihydro orthophosphat phải được sấy 1 h trong tủ sấy ở $105 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ và để nguội trong bình hút ẩm.

4.6.2 Dung dịch chuẩn, chứa 4 mg P trên lít.

Dùng pipet, lấy 10 ml dung dịch gốc (4.6.1) cho vào bình định mức một vạch 250 ml.

Pha loãng bằng nước đến vạch và trộn đều.

1 ml dung dịch này chứa 4 μg P.

5 Thiết bị, dụng cụ

CHÚ THÍCH Đảm bảo các chất tẩy rửa được dùng để làm sạch các dụng cụ thủy tinh không được chứa phospho.

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, 100 ml, 200 ml, 250 ml và 500 ml đáp ứng được các yêu cầu trong TCVN 7153 (ISO 1042) ^[1].
- 5.2 **Bình nón**, dung tích 50 ml.
- 5.3 **Bình phân hủy**, dung tích 100 ml.
- 5.4 **Pipet**, dung tích 1 ml, 2 ml, 5 ml, 10 ml, 15 ml và 25 ml, đáp ứng được các yêu cầu của TCVN 7151 (ISO 648) ^[2].
- 5.5 **Bể làm lạnh kiểu tuần hoàn**, nhiệt độ từ 15 °C đến 25 °C.
- 5.6 **Nồi cách thủy đun sôi**.
- 5.7 **Bếp điện**.
- 5.8 **Bình hút ẩm**, chứa chất hút ẩm còn tác dụng
- 5.9 **Máy đo quang phổ**, sử dụng cuvet có chiều dài đường quang 1,0 cm, có thể đo được ở bước sóng 825 nm.
- 5.10 **Cân phân tích**.

6 Cách tiến hành

Dùng đường chuẩn và thực hiện phép xác định trong vòng 2 h.

6.1 Chuẩn bị đường chuẩn

Chuẩn bị một dãy bảy bình nón, 50 ml (5.2). Dùng pipet (5.4) cho vào sáu bình: tương ứng 1,0 ml, 2,0 ml, 3,0 ml, 4,0 ml, 5,0 ml và 10 ml dung dịch chuẩn phospho (4.6.2) tương đương với 4 µg, 8 µg, 12 µg, 16 µg, 20 µg và 40 µg P.

Thêm nước vào bảy bình nón, sao cho tổng thể tích mỗi bình khoảng 30 ml. Trộn đều.

Dùng pipet cho vào mỗi bình, theo thứ tự như sau: 4 ml dung dịch amoni molybđat (4.4), 2 ml dung dịch axit ascorbic (4.3). Trộn đều sau mỗi lần thêm.

Đặt bảy bình vào nồi cách thủy đun sôi (5.6) trong 10 min.

TCVN 9941:2013

Làm nguội đến nhiệt độ phòng bằng cách ngâm các bình trong bể làm lạnh (5.5). Chuyển định lượng lượng chứa trong bình sang các bình định mức một vạch 50 ml (5.1). Pha loãng bằng nước đến vạch bằng nước và trộn đều.

Dùng máy đo quang phổ (5.9), xác định độ hấp thụ của từng dung dịch ở bước sóng 825 nm, sử dụng dung dịch mẫu trắng làm đối chứng. Dụng đường chuẩn về sự tương quan giữa số microgam phospho với độ hấp thụ.

6.2 Chuẩn bị mẫu thử

Trộn kỹ mẫu thử.

6.3 Phân mẫu thử

Cân 0,5 g mẫu thử (6.2), chính xác đến 0,2 mg. Khối lượng này tương ứng với dải hấp thụ từ 0,1 đến 0,7; nếu không tương ứng thì chỉnh phần mẫu thử sao cho phù hợp (xem Bảng 1).

Bảng 1

| Hàm lượng phospho dự kiến % (khối lượng) | Khối lượng phần mẫu thử (xem 6.3) g | Thể tích dung dịch (xem 6.5) ml | Thể tích phần chất lỏng (xem 6.6) ml |
|---|---|---------------------------------------|--|
| < 0,05 | 0,500 | 100 | 25 |
| 0,05 đến 0,10 | 0,500 | 100 | 10 |
| 0,10 đến 0,25 | 0,500 | 100 | 2 |
| 0,25 đến 0,50 | 0,500 | 200 | 2 |
| 0,50 đến 1,00 | 0,250 | 250 | 2 |
| 1,00 đến 2,00 | 0,125 | 250 | 2 |
| 2,00 đến 5,00 | 0,125 | 500 | 2 |

6.4 Phân hủy

Chuyển phần mẫu thử (6.3) vào bình phân hủy (5.3). Thêm 15 ml hỗn hợp sulpho-nitric (4.1) và trộn đều. Đặt bình lên bếp điện (5.7). Đun từ từ cho đến khi hết khói màu nâu, chỉ còn lại khói màu trắng và chất lỏng trong suốt.

Có thể loại trừ màu sẫm bền bằng cách nhỏ từng giọt dung dịch axit nitric trong khi tiếp tục phân hủy.

Đề nguội, rồi thêm 10 ml nước và loại dung dịch axit nitric dư bằng cách gia nhiệt bình cho đến khi chỉ còn khói trắng.

6.5 Chuẩn bị dung dịch thử

Làm nguội lại hỗn hợp (6.4) rồi thêm 45 ml nước. Chỉnh pH đến 7 bằng dung dịch natri hydroxit (4.5). Chuyển lượng chứa trong bình phân hủy sang bình định mức một vạch có thể tích thích hợp (5.1). Pha loãng bằng nước đến vạch. Trộn kỹ.

6.6 Xác định

Lấy một phần chất lỏng (xem Bảng 1) và cho vào bình nón 50 ml.

Dùng pipet cho vào bình theo thứ tự như sau: 4 ml dung dịch amoni molybđat (4.4) và 2 ml dung dịch axit ascorbic (4.3). Trộn đều sau mỗi lần thêm.

Đặt bình vào nồi cách thủy đun sôi (5.6) trong 10 min.

Làm nguội đến nhiệt độ phòng bằng cách ngâm bình trong bể làm lạnh (5.5). Chuyển định lượng vào bình định mức một vạch 50 ml (5.1). Thêm nước đến vạch và trộn đều.

Dùng máy đo quang phổ, xác định độ hấp thụ của dung dịch này ở bước sóng 825 nm.

Từ đường chuẩn (xem 6.1) đọc số lượng microgam phospho.

6.7 Phép thử trắng

Tiến hành phép thử trắng song song với phép xác định nhưng thay phần mẫu thử bằng nước.

6.8 Số lần xác định

Tiến hành hai phép xác định trên cùng một mẫu thử (6.2).

7 Biểu thị kết quả

7.1 Phương pháp tính và công thức

Hàm lượng phospho tổng số (P), biểu thị theo phần trăm khối lượng, được tính bằng công thức sau:

$$\frac{m_1 \times V_0 \times 100}{m_0 \times V_1 \times 10^6}$$

Trong đó:

m_0 là khối lượng phần mẫu thử (6.3), tính bằng gam (g);

TCVN 9941:2013

- m_1 là hàm lượng phospho của dung dịch thử đọc từ đường chuẩn (6.1), tính bằng microgam (μg);
- V_0 là thể tích pha loãng của dung dịch thử (6.5), tính bằng mililit (ml);
- V_1 là thể tích phần chất lỏng dùng cho phép xác định (6.6), tính bằng mililit (ml);

Lấy kết quả là trung bình cộng của các giá trị thu được trong hai phép xác định với điều kiện đáp ứng các yêu cầu độ lặp lại (7.2). Nếu không, lặp lại phép thử.

7.2 Độ lặp lại

Chênh lệch giữa các kết quả thu được trong hai phép xác định tiến hành đồng thời, do cùng một người phân tích thực hiện trên cùng một mẫu thử (6.2), không được quá:

- 2 % giá trị trung bình trong trường hợp hàm lượng phospho lớn hơn 0,2 % (khối lượng);
- 0,004 g phospho trên 100 g mẫu trong trường hợp hàm lượng phospho nhỏ hơn 0,2 % (khối lượng).

8 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải chỉ rõ phương pháp đã sử dụng và kết quả thử nghiệm thu được. Ngoài ra, báo cáo thử nghiệm cũng đề cập đến mọi chi tiết thao tác không qui định trong tiêu chuẩn này, hoặc được xem là tùy chọn, cùng với mọi tình huống bất thường có thể ảnh hưởng đến kết quả thử nghiệm.

Báo cáo thử nghiệm cũng bao gồm mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu thử.

Thư mục tài liệu tham khảo

[1] TCVN 7153 (ISO 1042), *Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh – Bình định mức*

[2] TCVN 7151 (ISO 648), *Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh – Pipet một mức*
