

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 6841:2011

ISO 11813:2010

Xuất bản lần 2

**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 – 2011

Lời nói đầu

TCVN 6841:2011 thay thế TCVN 6841:2001;

TCVN 6841:2011 hoàn toàn tương đương với ISO 11813:2010/IDF 156:2010;

TCVN 6841:2011 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC/F12 *Sữa và sản phẩm sữa* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

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 quy định phương pháp đo phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa để xác định hàm lượng kẽm của sữa và sản phẩm sữa. Phương pháp thích hợp đối với hàm lượng kẽm trong khoảng từ 25 mg/kg đến 70 mg/kg (khối lượng chất khô) trong sữa và sản phẩm sữa.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi, bổ sung (nếu có).

TCVN 6270 (ISO 6732), *Sữa và sản phẩm sữa – Xác định hàm lượng sắt – Phương pháp đo phổ (Phương pháp chuẩn)*.

3 Thuật ngữ và định nghĩa

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

3.1

Hàm lượng kẽm trong sữa và sản phẩm sữa (zinc content in milk and milk products)

Phần khối lượng của chất xác định được bằng quy trình quy định trong tiêu chuẩn này.

CHÚ THÍCH Hàm lượng kẽm được biểu thị bằng miligam trên kilogam sản phẩm.

4 Nguyên tắc

Mẫu được tro hóa trong lò nung có cài đặt chương trình. Tro được hòa tan trong axit clohydric đậm đặc, thêm dung dịch stronti clorua rồi pha loãng bằng nước. Hàm lượng kẽm của dung dịch thu được được đo bằng máy đo phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa ở bước sóng 213,9 nm có hiệu chỉnh nền bằng đơteri hoặc Zeeman.

5 Thuốc thử

Chỉ sử dụng thuốc thử loại tinh khiết phân tích không chứa kẽm, ngoại trừ dung dịch chuẩn kẽm (5.5).

Nên sử dụng thuốc thử Aristar, Suprapur hoặc Ultrex¹⁾ hoặc các sản phẩm thuốc thử tinh khiết tương đương, trừ khi có các quy định khác.

5.1 Nước, phù hợp với loại 2 của TCVN 4851 (ISO 3696)^[3].

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

5.3 Dung dịch stronti clorua

Hòa tan 38,0 g stronti clorua ngậm sáu phân tử nước ($\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) trong nước (5.1) thêm nước đến 250 ml.

CHÚ THÍCH Stronti clorua ngậm sáu phân tử nước từ BDH (Spectrosol)¹⁾ hoặc tương đương.

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

5.5 Dung dịch chuẩn kẽm

5.5.1 Dung dịch gốc, chứa 1 000 mg kẽm trên một lít axit nitric 0,3 mol/l (tương đương với 18,9 g/l axit nitric).

CHÚ THÍCH Dung dịch Baker Instra-analyzed Atomic Spectral¹⁾ 1.6946 là thích hợp.

5.5.2 Dung dịch làm việc, chứa 100 mg kẽm trên một lít. Thêm 1 ml axit nitric (5.4) vào 10 ml dung dịch gốc (5.5.1) và thêm nước (5.1) đến 100 ml.

5.6 Dung dịch chuẩn zero

Pha loãng 2,5 ml axit clohydric (5.2) và 12,5 ml dung dịch stronti clorua (5.3) trong bình định mức một vạch 500 ml bằng nước (5.1) đến vạch. Trộn kĩ.

¹⁾ Thuốc thử Aristar, Suprapur hoặc Ultrex và dung dịch Baker Instra-analyzed Atomic Spectral là các ví dụ về các sản phẩm phù hợp có bán sẵn. Thông tin này đưa ra tạo thuận tiện cho người sử dụng tiêu chuẩn và tiêu chuẩn này không ấn định phải sử dụng các sản phẩm nêu trên.

6 Thiết bị, dụng cụ

ĐIỀU QUAN TRỌNG – Bảo quản dụng cụ thủy tinh sạch trong axit nitric 10 % khối lượng. Tráng ba lần trước khi sử dụng bằng nước cất và sau đó tráng tiếp ba lần bằng nước cất hai lần.

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

- 6.1 Chén nung thạch anh, có nắp thạch anh, dung tích 50 ml.
 - 6.2 Bình định mức một vạch, dung tích 100 ml và 250 ml, phù hợp với loại A của TCVN 7153 (ISO 1042)^[2].
 - 6.3 Pipet pittông điều khiển bằng tay, dung tích 0,2 ml, 1,0 ml và 5,0 ml, ISO 8655-2^[6].
 - 6.4 Tủ sấy, có thể duy trì nhiệt độ ở $102\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$.
 - 6.5 Lò nung cài đặt được, hoặc tương đương, có thể đạt được nhiệt độ tối thiểu $550\text{ }^{\circ}\text{C}$ với tốc độ gia nhiệt được cài đặt ở $50\text{ }^{\circ}\text{C/h}$.
- CHÚ THÍCH Nếu lò nung cài đặt được không có sẵn, điều chỉnh bằng tay từng bước thích hợp nhiệt độ của lò đẳng nhiệt $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ mỗi giờ.
- 6.6 Bếp điện, có thể duy trì nhiệt độ ở khoảng $100\text{ }^{\circ}\text{C}$.
 - 6.7 Nồi cách thủy, có thể duy trì nước ở điểm sôi.
 - 6.8 Máy đo phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa, có thể đo ở bước sóng 213,9 nm với dải quang phổ khuyến cáo rộng 0,2 nm và đèn khí axetylen khe đơn 10 cm và hiệu chỉnh nền đơteri hoặc Zeeman.
 - 6.9 Cân phân tích, có thể đọc chính xác đến 1 mg.

7 Lấy mẫu

Việc lấy mẫu không quy định trong tiêu chuẩn này, nên lấy mẫu theo TCVN 6400 (ISO 707)^[1].

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

Bảo quản các mẫu để ngăn cản được sự suy giảm và thay đổi thành phần. Cần thực hiện các biện pháp phòng ngừa để tránh nhiễm bẩn kẽm vào mẫu.

8 Chuẩn bị mẫu thử

Để tránh nhiễm bẩn kẽm, chuẩn bị mẫu thử theo TCVN 6270 (ISO 6732).

9 Cách tiến hành

9.1 Yêu cầu chung

Nếu phép thử đáp ứng yêu cầu kiểm tra giới hạn lặp lại (xem 11.2) thì thực hiện hai phép xác định đơn lẻ theo 9.2 đến 9.4.

9.2 Phần mẫu thử

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

9.3 Tro hóa

Gia nhiệt chén nung thạch anh chứa phần mẫu thử đã khô (9.2) trong lò tro hóa (6.5) từ nhiệt độ phòng đến $500 \text{ }^\circ\text{C}$ ở tốc độ $50 \text{ }^\circ\text{C/h}$. Duy trì trong 3 h ở nhiệt độ $500 \text{ }^\circ\text{C}$.

Sau đó, để lượng chứa trong chén nung thạch anh nguội đến nhiệt độ môi trường trong tủ không chứa kẽm. Nếu thu được tro không trắng, làm ướt tro với khoảng 0,5 ml nước (5.1), sau đó thêm ba giọt axit nitric (5.4).

Sấy khô cẩn thận trên bếp điện (6.6) hoặc trên nồi cách thủy đun sôi (6.7). Gia nhiệt lại 30 min trong lò (6.5) được duy trì ở $500 \text{ }^\circ\text{C}$.

9.4 Phép xác định

9.4.1 Chuẩn bị dung dịch thử

Thêm 0,5 ml nước (5.1) và 0,5 ml axit clohydric (5.2) vào tro (9.3). Hòa tan tro và chuyển lượng tro đã hòa tan với nước vào bình định mức một vạch 100 ml (6.2).

Sử dụng pipet pittong 5,0 ml (6.3), thêm 2,5 ml dung dịch stronti clorua (5.3) vào lượng chứa trong bình. Thêm nước đến vạch và trộn kĩ.

9.4.2 Đo bằng máy đo phổ hấp thụ nguyên tử

Điều chỉnh máy đo phổ (6.8) đến bước sóng 213,9 nm và các điều kiện ngọn lửa để đạt được độ nhạy và độ chính xác tối ưu.

9.4.2.1 Hiệu chuẩn

Thêm lần lượt 0,2 ml, 0,4 ml, 0,6 ml và 0,8 ml dung dịch làm việc kẽm (5.5.2) vào bốn bình định mức một vạch 100 ml (6.2). Thêm dung dịch chuẩn zero (5.6) đến vạch và trộn kĩ. Các dung dịch hiệu chuẩn này lần lượt chứa 0,2 mg, 0,4 mg, 0,6 mg và 0,8 mg kẽm trên lít.

Sau đó, hút dung dịch chuẩn zero (5.6) và bốn dung dịch hiệu chuẩn, mỗi dung dịch lấy bốn lần và tính trung bình các giá trị độ hấp thụ.

Lấy trung bình giá trị hấp thụ của dung dịch hiệu chuẩn trừ đi trung bình giá trị hấp thụ của dung dịch chuẩn zero. Dụng đồ thị kết quả giá trị hấp thụ dựa vào nồng độ hiệu chuẩn tương ứng.

CHÚ THÍCH Phụ thuộc vào chức năng của dụng cụ, phép trừ cũng có thể được thực hiện bằng cách tự động đưa về zero.

9.4.2.2 Đo dung dịch mẫu

Đo dung dịch thử (xem 9.4.1) ngay sau khi đo hiệu chuẩn dưới cùng một điều kiện.

Nếu tín hiệu cao hơn chuẩn cao nhất thì pha loãng dung dịch thử bằng dung dịch chuẩn zero (5.6) (hệ số pha loãng f) và lặp lại phép đo.

Thỉnh thoảng, kiểm tra dụng cụ và độ ổn định hiệu chuẩn bằng cách sử dụng dung dịch hiệu chuẩn kẽm 0,4 mg/l. Cũng thực hiện đo hiệu chuẩn ở cuối dãy đo và thực hiện các phép đo bổ sung ở giữa dãy đo đối với dãy đo rộng.

Mỗi phép đo lặp lại bốn lần và tính giá trị trung bình. Trừ đi trung bình giá trị hấp thụ của dung dịch chuẩn zero. Đọc nồng độ tương ứng từ đồ thị chuẩn (xem 9.4.2.1).

10 Tính và biểu thị kết quả

Tính hàm lượng kẽm của mẫu, w_{Zn} , bằng miligam trên kilogram (mg/kg), theo công thức:

$$w_{Zn} = \frac{\rho_{Zn} \times f \times V}{m}$$

Trong đó:

ρ_{Zn} là nồng độ kẽm của dung dịch thử, đọc từ đồ thị chuẩn (xem 9.4.2.2), tính bằng miligam trên lít (mg/l);

f là hệ số pha loãng [thể tích cuối của dung dịch thử đã pha loãng (xem 9.4.2.2) chia cho thể tích của dung dịch thử ban đầu (xem 9.4.1) được đem pha loãng];

V là thể tích của dung dịch thử (xem 9.4.1), tính bằng mililit (ml) ($V = 100$ ml);

m là khối lượng của phần mẫu thử, tính bằng gam (g);

11 Độ chụm

11.1 Phép thử liên phòng thử nghiệm

Các giá trị về độ lặp lại và độ tái lập thu được từ các kết quả của phép thử liên phòng thử nghiệm này được đánh giá phù hợp với TCVN 6910-1 (ISO 5725-1)^[4] và TCVN 6910-2 (ISO 5725-2)^[5]. Chi tiết của phép thử liên phòng thử nghiệm về độ chụm của phương pháp đã được tóm tắt trong Tài liệu tham khảo [7].

Các giá trị thu được từ phép thử liên phòng thử nghiệm này có thể không áp dụng cho các dải nồng độ và chất nền khác với các dải nồng độ và chất nền đã nêu.

11.2 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa các kết quả của hai phép thử độc lập, đơn lẻ, thu được khi sử dụng cùng 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 được quá 5 % các trường hợp lớn hơn 7 % giá trị trung bình của hai kết quả.

11.3 Độ tái lập

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

12 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải nêu 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 đã dùng, cũng như viện dẫn tiêu chuẩn này;
- d) mọi điều kiện thao tác không quy 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;
- e) kết quả thử nghiệm thu được;
- f) kết quả cuối cùng thu được, nếu kiểm tra độ lặp lại.

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] TCVN 6400 (ISO 707), *Sữa và sản phẩm sữa – Hướng dẫn lấy mẫu*
 - [2] TCVN 7153 (ISO 1042), *Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh – Bình định mức*
 - [3] TCVN 4851 (ISO 3696), *Nước dùng phân tích trong phòng thí nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử*
 - [4] TCVN 6910-1 (ISO 5725-1), *Độ chính xác (độ đúng và độ chụm) của phương pháp đo và kết quả đo – Phần 1: Nguyên tắc và định nghĩa chung*
 - [5] TCVN 6910-2 (ISO 5725-2), *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*
 - [6] ISO 8655-2, *Piston-operated volumetric apparatus – Part 2: Piston pipettes*
 - [7] CARL, M. Collaborative study – Zinc in milk and product milk. *Bull. IDF* 1995, (306), pp. 2-19
 - [8] KOOPS, J., KLOMP, H., WESTERBEEK, D. *Netherlands Milk Dairy J.* 1986, 40, pp. 337-350
-