

## Lời nói đầu

TCVN 7788:2007 được xây dựng trên cơ sở AOAC 985.16 *Tin in Canned Food. Atomic absorption spectrophotometric method;*

TCVN 7788:2007 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn TCVN/TC/F13 *Phương pháp phân tích và lấy mẫu* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

# Đồ hộp thực phẩm – Xác định hàm lượng thiếc bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử

*Canned foods – Determination of tin content by atomic absorption spectrophotometric method*

## 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định hàm lượng thiếc trong thực phẩm đóng hộp bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử.

## 2 Nguyên tắc

Phần mẫu thử được phân hủy bằng axit nitric (3.1), rồi phân huỷ tiếp bằng axit clohydric (3.4) và được pha loãng. Dung dịch kali clorua (3.3) được bổ sung vào mẫu và các chất chuẩn để giảm sự gây nhiễu của dụng cụ. Hàm lượng thiếc được xác định bằng quang phổ hấp thụ nguyên tử ở bước sóng 235,5 nm với ngọn lửa oxi hoá  $N_2O-C_2H_2$ .

## 3 Thuốc thử

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

### 3.1 Axit nitric đậm đặc ( $HNO_3$ ), không chứa thiếc

Để kiểm tra độ tinh khiết: pha loãng với nước theo tỷ lệ 1:4 (theo thể tích) và hút vào máy đo quang phổ hấp thụ nguyên tử. Dung dịch này chỉ thích hợp cho phép phân tích khi tín hiệu cho thấy không có mặt của thiếc trong dung dịch.

### 3.2 Dung dịch thiếc chuẩn

#### 3.2.1 Dung dịch thiếc gốc, nồng độ 1 mg/ml

Hoà tan 1,000 g thiếc vào khoảng 200 ml dung dịch axit clohydric đậm đặc (3.4), thêm khoảng 200 ml nước, để nguội đến nhiệt độ phòng rồi pha loãng bằng nước đến 1 000 ml.

**3.2.2 Dung dịch thiếc làm việc**, chứa hàm lượng thiếc tương ứng là 0 µg/ml, 50 µg/ml, 100 µg/ml, 150 µg/ml và 200 µg/ml

Cho vào năm bình định mức 100 ml (4.1), mỗi bình 10 ml axit clohydric đậm đặc (3.4), 1,0 ml dung dịch kali clorua (3.3), và 0 ml, 5 ml, 10 ml, 15 ml hoặc 20 ml dung dịch thiếc gốc (3.2.1). Pha loãng bằng nước đến vạch.

**3.3 Dung dịch kali clorua (KCl), 10 mg/ml**

Hoà tan 1,91 g kali clorua trong nước đựng trong bình định mức 100 ml (4.1) và pha loãng bằng nước đến vạch.

**3.4 Axit clohydric đậm đặc (HCl)**

## 4 Thiết bị, dụng cụ

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

**4.1 Bình định mức một vạch, 100 ml.**

**4.2 Máy quang phổ hấp thụ nguyên tử**, có hiệu chỉnh nền liên tục và đầu đốt ngọn lửa khí  $N_2O-C_2H_2$ .

**4.3 Tủ hút.**

**4.4 Giấy lọc, loại trung bình.**

**4.5 Chai polyetylen hoặc polypropylen, có nắp vặn.**

**4.6 Bình Erlenmeyer, dung tích 250 ml.**

## 5 Cách tiến hành

### 5.1 Chuẩn bị mẫu thử

Cân chính xác phần mẫu thử đến  $\pm 0,01$  g với các lượng như sau: 30 g đến 40 g nước quả ép hoặc đồ uống, 20 g đối với thực phẩm có hàm lượng nước từ 50 % đến 75 % và từ 5 g đến 10 g thực phẩm dạng rắn hoặc nửa rắn, cho vào bình Erlenmeyer (4.6). Giới hạn hàm lượng chất béo hoặc hàm lượng dầu khoảng từ 2 g đến 4 g và chất hữu cơ tổng số đến khoảng 5 g. Sấy khô trong tủ sấy ở nhiệt độ  $120^\circ C$ .

Nếu thời gian kết thúc giai đoạn phân huỷ mẫu trong cùng một ngày thì không cần bổ sung axit nitric (3.1) vào phần mẫu thử. Thêm 30 ml axit nitric (3.1) vào bình định mức (4.1) và gia nhiệt nhẹ trong tủ hút (4.3) trong vòng 15 min để bắt đầu phân huỷ mẫu, tránh tạo quá nhiều bọt. Đun nhẹ cho đến khi dịch thuỷ phân còn lại khoảng từ 3 ml đến 6 ml hoặc cho đến khi mẫu chỉ vừa khô trên đáy bình. Không để mẫu bị cháy. Lấy bình cầu ra khỏi nguồn nhiệt. Tiến hành ngay, kể cả hai bình cầu rỗng để dùng cho phép thử trắng đối với thuốc thử, như sau: cho 25 ml axit clohydric (3.4) và gia nhiệt nhẹ khoảng 15 min cho đến khi hết khí clo bốc ra. Tăng nhiệt và để sôi cho đến khi còn lại từ 10 ml đến 15 ml, sử dụng bình cầu tương tự chứa 15 ml nước để ước lượng thể tích. Thêm khoảng 40 ml nước, xoay bình và rót vào bình định mức 100 ml (4.1), tráng rửa bình bằng 10 ml nước. Khi có mặt axit clohydric trong dịch thuỷ phân thì phần mẫu thử có thể phải để qua đêm hoặc lâu hơn.

Dùng pipet lấy 1,0 ml dung dịch kali clorua (3.3) cho vào từng bình định mức. Để nguội đến nhiệt độ phòng và pha loãng bằng nước đến vạch, bổ sung thêm một lượng nước bù cho thể tích chất béo trong bình cầu. Trộn kỹ và lọc khoảng 30 ml đến 50 ml qua giấy lọc khô loại trung bình (4.4) cho vào chai polyetylen hoặc polypropylen khô (4.5). Không lọc mẫu trắng. Đậy kín chai cho đến khi phân tích. Dung dịch này có thể ổn định trong vài tháng.

## 5.2 Xác định

**CẢNH BÁO** Vi bản chất dễ gây nổ của các loại khí, nên cần chú ý khi bật lửa và sử dụng ngọn lửa. Có thể cần phải sử dụng băng đo nhiệt trên bộ điều chỉnh  $N_2O$  để duy trì tốc độ khí ổn định.

Sử dụng 200  $\mu\text{g/ml}$  chất chuẩn và đường chuẩn thiếc ở bước sóng 235,5 nm, tối ưu hoá điều kiện của máy đo quang phổ, đầu đốt và ngọn lửa theo chỉ dẫn của nhà sản xuất. Rồi tăng tốc độ dòng  $N_2O$  hoặc giảm tốc độ dòng  $C_2H_2$  để có được ngọn lửa oxi hoá; phần lửa đỏ cần cao hơn rãnh đầu đốt khoảng 4 mm. Điều này làm giảm độ nhạy nhưng tăng độ chụm đến  $(0 \pm 0,0004)$  A đối với phép thử trắng và  $(0,201 \pm 0,001)$  A đối với chất chuẩn 100  $\mu\text{g/ml}$ . Kiểm tra định kỳ độ nhạy của chất chuẩn; nếu độ nhạy giảm quá 20 % thì tắt ngọn lửa và làm sạch rãnh đầu đốt cẩn thận.

Chỉnh máy đo quang phổ về zero (0) trong khi hút nước nhưng không chỉnh về zero (0) sau các lần xác định; tự động chỉnh về zero sẽ làm giảm độ chụm. Hút nước trước và sau mỗi lần hút mẫu, chất chuẩn và dung dịch trắng. Lấy ba số đọc mỗi lần cách nhau 5 s đối với mỗi dung dịch, lấy trung bình và đối chứng tất cả số đo độ hấp thụ với độ hấp thụ của nước.

Ghi lại độ hấp thụ A của các chất chuẩn, dung đường chuẩn và kiểm tra bằng mắt đối với các chất chuẩn không chính xác. Hai kết quả độ hấp thụ trắng đã hiệu chỉnh với chất chuẩn 50  $\mu\text{g/ml}$  không được lệch quá 3 % so với độ hấp thụ trắng đã hiệu chỉnh đối với chất chuẩn 100  $\mu\text{g/ml}$ .

Dùng 50 µg/ml chất chuẩn để cố định dung dịch trắng chuẩn, sử dụng tỷ lệ độ hấp thụ A. Tính nồng độ của dung dịch trắng chuẩn, C<sub>1</sub>, được biểu thị bằng µg/ml, sử dụng công thức sau đây:

$$C_1(\mu\text{g/ml}) = [A_0/(A'-A_0)] \times 50$$

trong đó

A<sub>0</sub> và A' tương ứng với số đọc của mẫu trắng và trung bình các số đọc đối với dung dịch chuẩn 50 µg/ml.

Để thu được các nồng độ đúng, cần bổ sung dung dịch nồng độ trắng chuẩn vào dung dịch nồng độ chuẩn danh định.

Đo độ hấp thụ A của các mẫu trắng như đã thực hiện đối với mẫu trắng chuẩn và tính:

$$\text{Nồng độ mẫu trắng } (\mu\text{g/ml}) = (A_0/A') \times \text{nồng độ đúng của dung dịch chuẩn } 50 \mu\text{g/ml}$$

trong đó

A<sub>0</sub> và A' tương ứng với số đọc của mẫu trắng và dung dịch chuẩn 50 µg/ml.

Tính nồng độ trung bình của dung dịch mẫu trắng, B.

Xác định nồng độ của dung dịch thử bằng một trong hai qui trình sau đây:

1) Đo độ hấp thụ của các dung dịch thử (tối đa 3 dung dịch) và dung dịch chuẩn 50 µg/ml (hoặc dung dịch chuẩn 100 µg/ml tùy thuộc vào nồng độ dung dịch thử), cố định các dung dịch thử với dung dịch chuẩn. Tính nồng độ dung dịch thử trắng đã hiệu chỉnh, C<sub>2</sub>, như sau:

$$C_2(\mu\text{g/ml}) = (A/A') \times \text{nồng độ đúng của dung dịch chuẩn} - B$$

trong đó

A và A' tương ứng với số đọc của mẫu thử và dung dịch chuẩn.

Khi không yêu cầu đến độ chính xác cao hoặc khi đường chuẩn quá cong, thì sử dụng qui trình b) sau khi đã khẳng định rằng độ nhạy và đường nền không bị thay đổi trong suốt quá trình thử nghiệm.

2) Hiệu chuẩn sử dụng mẫu trắng và các dung dịch chuẩn 50 µg/ml, 100 µg/ml và 150 µg/ml. Cho chạy mẫu trắng và các dung dịch mẫu thử, sau đó sử dụng bộ xử lý vi phân của thiết bị hoặc đường chuẩn để tính nồng độ dung dịch. Tính trung bình nồng độ của mẫu trắng B. Tính nồng độ dung dịch mẫu trắng đã hiệu chỉnh (µg/ml) bằng cách lấy các nồng độ dung dịch trừ đi giá trị B.

## 6 Tính kết quả

Hàm lượng thiếc có trong phần mẫu thử,  $X$ , tính bằng mg/kg, sử dụng công thức sau đây:

$$X = \frac{C_1 - C_2}{m} \times 100$$

trong đó

$C_1$  là nồng độ của mẫu trắng chuẩn, tính bằng microgam trên mililit;

$C_2$  là nồng độ của dung dịch đã hiệu chỉnh, tính bằng microgam trên mililit;

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

## 7 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải ghi 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 đã sử dụng và viện dẫn tiêu chuẩn này;
- mọi chi tiết thao tác không qui định trong tiêu chuẩn này, cùng với các chi tiết bất thường khác có thể ảnh hưởng tới kết quả;
- các kết quả thử nghiệm thu được.