

-----  
TCVN  
-----

TIEU CHUẨN VIỆT NAM

TCVN 5368-1991  
(ISO 3094-1974)

SẢN PHẨM RAU QUẢ

Xác định hàm lượng đồng.  
Phương pháp quang phổ

HÀ NỘI-1991

## LỜI NÓI ĐẦU

TCVN 5368-1991 phù hợp với ISO 3094 - 1974.

TCVN 5368-1991 do Trung tâm Tiêu chuẩn - Đo lường - Chất lượng khu vực 1 biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn - Đo lường-Chất lượng đề nghị và được Ủy ban Khoa học Nhà nước ban hành theo quyết định số 343/QĐ ngày 11 tháng 6 năm 1991.

Sản phẩm rau quả  
Xác định hàm lượng đồng-Phương pháp quang phổ

Fruit and vegetable products  
Determination of copper content -  
Photometric method

Tiêu chuẩn này phù hợp với ISO 3094-1974

Chú thích: Bitmut và Telu gây cản trở đối với phương pháp này; sự có mặt của chúng có thể làm sai kết quả thử.

1. Nguyên tắc

Sau khi phá hủy chất hữu cơ, cho dung dịch natri dietyldithiocacbammat vào dung dịch axit đã được trung hòa. Chiết phức đồng được tạo thành bằng clorofoc hoặc cacbon tetraclorua và đo cường độ màu của dung dịch thu được.

2. Thuốc thử

Các thuốc thử phải có độ tinh khiết phân tích.

Nước dùng trong thí nghiệm phải là nước cất trong dụng cụ thủy tinh bo-silicat hoặc thủy tinh silic hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

Phải có đủ các thuốc thử dùng để phá hủy chất hữu cơ, ngoài ra phải có các thuốc thử sau đây:

2.1. Clorofoc hoặc cacbon tetraclorua, không có phôtgen.

2.2. Metanol khan (đối với phương pháp này, metanol 99% được coi là khan).

2.3. Amoniắc dung dịch, có  $\rho_{20}$  0,88 g/ml.

2.4. Dung dịch amon xitrat và muối dinatri của axit etylen-diamin-tetra-axetic (EDTA).

Hòa tan 20g amon xitrat và 5g muối dinatri của EDTA trong nước và pha loãng tới 100 ml.

2.5. Natri dietyldithiocacbammat dung dịch 5 g/l.

Chú thích: Có thể rút ngắn thời gian pha chế dung dịch này bằng cách làm ấm ở bếp cách nước có nhiệt độ từ 25 đến 30°C.

Dung dịch chỉ được pha chế trước khi sử dụng dưới một tuần.

2.6. Đồng chuẩn dung dịch, tương ứng với 0,01g đồng trong một lít. Hòa tan 0,196g đồng sunfát ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) trong nước (trước đó nhỏ vào nước vài giọt axit sunfuric có  $\rho_{20} 1,84 \text{ g/ml}$ ); đổ thêm nước tới 500 ml. Lấy 10 ml dung dịch này, đổ thêm nước tới 100 ml. 1 ml dung dịch này chứa 10  $\mu\text{g}$  đồng.

2.7. Thymol xanh dung dịch chỉ thị.

Hòa tan (bằng cách làm ấm) 0,1g thymol xanh trong 8,6 ml dung dịch natri hydroxyt 0,1N và 10 ml etanol 96% theo thể tích. Pha loãng đến 250 ml bằng etanol 20% theo thể tích.

### 3. Thiết bị và dụng cụ

Ngoài dụng cụ dùng để phá hủy chất hữu cơ, phải có những dụng cụ thông thường nếu không có quy định khác và các trang thiết bị sau đây:

3.1. Phễu chiết cuống ngắn.

3.2. Quang phổ kế hoặc quang phổ kế hấp phụ quang điện, do được ở bước sóng 435 nm và lắp được cuvet có độ dài quang học 10 hoặc 20 mm.

### 4. Trình tự thử

4.1. Lượng mẫu cân và phá hủy chất hữu cơ

Chú thích: không được dùng các dụng cụ nghiền và sàng mẫu chế tạo từ hợp kim đồng trước khi phá hủy chất hữu cơ.

4.2. Tạo và chiết phức đồng

Nếu lượng đồng trong lượng mẫu cân dự đoán dưới 50  $\mu\text{g}$  thì lấy toàn bộ dung dịch thu được theo mục 4.1., gọi là dung dịch A.

Nếu lượng đồng dự đoán nhiều hơn thì hòa loãng dung dịch A bằng nước thành 100 ml và lấy ra một phần để thử.

Dung dịch đem thử được làm mát, pha loãng bằng 30 đến 40 ml nước, lại làm mát, sau đó chuyển vào phễu chiết (3.1.). Thêm 20 ml dung dịch xitrat - EDTA (2.4.), sau đó thêm 5 ml dung dịch amoniắc (2.3.). Nhỏ 2 giọt dung dịch chỉ thị thymol xanh (2.7.) và một lượng dung dịch amoniắc vừa đủ để màu chuyển từ vàng sang xanh (pH từ 8 đến 9,6).

Làm mát trong dòng nước chảy, thỉnh thoảng vẩn lỏng nút phễu

chiết. Cho thêm 2 ml dung dịch natri-dietyl-dithiocacbamát (2.5) và đung 10 ml clorofoc hoặc cacbon tetraclorea (2.1.). Lắc trong 5 phút để tạo sự cân bằng trong cấu tạo của 2 pha.

Để cho hai lớp tách ra, sau đó dùng giấy lọc hoặc gác bông thấm nước lau khô bên trong và ngoài cuống phễu chiết. Cho lớp clorofoc hoặc cacbon tetraclorea có chứa phức đồng chảy vào một ống nghiệm. Không để ống nghiệm ngoài ánh sáng. Giữ thẳng đứng ống nghiệm để những hạt nước nhỏ tách ra. Lọc qua giấy lọc vào một ống nghiệm khác để loại bỏ hết các vết nước.

Cho 0,5 ml metanol (2.2.) (để tránh vẩn đục) và để ở chỗ tối trước khi đo.

Phức đồng phải giữ được sự ổn định trong 2h ở chỗ tối và 1h ở chỗ sáng (không để ánh sáng mặt trời chiếu trực tiếp).

#### 4.3. Mẫu trắng

Cùng với việc xác định, tiến hành thử nghiệm mẫu trắng như sau: lấy cùng một lượng các thuốc thử đã dùng phá hủy chất hữu cơ trong mẫu (axit sunfuric, axit nitric, axit clohydric, v;v...) và thực hiện như mục 4.2.. Dùng lớp clorofoc hoặc cacbon tetraclorea thu được để xác định (xem mục 4.4.).

#### 4.4. Tiến hành xác định

Đo cường độ màu của dung dịch phức đồng trong clorofoc hoặc cacbon tetraclorea (xem mục 4.2.) bằng cách so sánh với dung dịch thử trắng (4.3.) trong quang phổ kế hoặc quang phổ kế hấp phụ quang điện (3.2.) ở một độ dài sóng là 435 nm.

Tiến hành hai lần xác định trên cùng một mẫu thử đã lấy để phá hủy chất hữu cơ.

#### 4.5. Dụng cụ chuẩn

Tiến hành phá hủy chất hữu cơ và đo quang phổ riêng biệt ứng với 1, 2, 3, 4, và 5 ml dung dịch đồng chuẩn (2.6.) (tương ứng với chứa 10, 20, 30, 40, và 50 µg đồng). Trình tự xử lý giống như đối với dung dịch thử.

Đồng thời chuẩn bị thử dung dịch mẫu trắng (xem mục 4.3.) và tiến hành theo mục 4.4. (xem chú thích).

Dụng cụ chuẩn bằng cách vẽ đồ thị trị số hấp phụ ứng với

khối lượng đồng tương ứng tính bằng microgam.

Chú thích: Nếu đường chuẩn được dụng đồng thời với phép xác định thì không cần chuẩn bị dung dịch mẫu trắng riêng biệt.

## 5. Tính kết quả

### 5.1. Phương pháp tính toán và công thức

Dùng đường chuẩn chuyển số liệu thu được (xem 4.4.) thành khối lượng đồng (tính bằng microgam). Hàm lượng đồng trong mẫu (X) tính bằng miligam trên một kilogam sản phẩm thử) được xác định theo công thức sau:

$$X = \frac{m_1}{1000} \times \frac{100}{V} \times \frac{1000}{m_0} = \frac{100 \cdot m_1}{V \cdot m_0}$$

- Trong đó: -  $m_0$  là lượng mẫu cân, tính bằng gam (xem 4.1.)  
 -  $m_1$  là khối lượng đồng đọc được trên đường chuẩn, tính bằng microgam.  
 - V là thể tích của phần dung dịch A đem thử, tính bằng mililit (xem 4.2.).

Chú thích: nếu toàn bộ dung dịch A đem thử thì  $\frac{100}{V} = 1$

Nếu yêu cầu về tính nhắc lại được thỏa mãn (xem mục 5.2.) thì kết quả của phép thử là trung bình cộng của hai lần xác định.

### 5.2 Độ lặp lại

Sai lệch kết quả của hai lần xác định đồng thời hoặc liên tiếp, do cùng một người thực hiện không được vượt quá 0,2 mg đồng trên một kilôgam sản phẩm có hàm lượng đồng đến 5 mg/kg; và không được vượt quá 5% trị số trung bình đối với sản phẩm có hàm lượng đồng lớn hơn.

## 6. Biên bản thử

Trong báo cáo phải ghi rõ phương pháp sử dụng và kết quả thu được. Báo cáo cũng cần phải ghi lại những điều kiện thử nghiệm không quy định trong tiêu chuẩn này hoặc được coi như là tùy ý áp dụng và mọi trường hợp khác có thể ảnh hưởng tới kết quả.

Trong báo cáo phải nêu tất cả những chi tiết yêu cầu để nhận biết hoàn toàn mẫu thử.