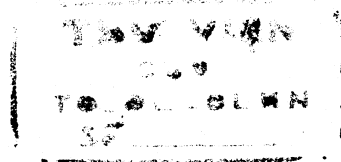


TCVN 5496-1991  
(ISO 2447-1974)

SẢN PHẨM RAU QUẢ

Xác định hàm lượng thiếc bằng phương pháp  
so màu



## LỜI NÓI ĐẦU

TCVN 5496-1991 phù hợp với ISO 2447 - 1974 .

TCVN 5496-1991 do Trung tâm Tiêu chuẩn-Đo lường-Chất lượng đề nghị và được Ủy ban Khoa học Nhà nước ban hành theo quyết định số 488/QĐ ngày 8 tháng 8 năm 1991 .

## SẢN PHẨM RAU QUẢ

Xác định hàm lượng thiếc bằng phương pháp  
so màu

Fruit and vegetable products-Determination-  
of tin by spectrophotometric method.

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp so màu để xác định hàm lượng thiếc trong các sản phẩm rau quả mà trong 1 kg có chứa nhiều nhất tới:

- 1,25 g đồng
- 0,6 g chì
- 0,6g kẽm
- 40g phốt pho

Tiêu chuẩn này phù hợp với ISO 2447-1974.

## 1. Nguyên tắc:

Sau khi phân hủy các chất hữu cơ bằng axit sunfuric và axit nitric và chuyển hoá thiếc về dạng stanic, tạo thành một phức chất trong dung dịch đậm có  $n_{D20} = 1,0 - 1,2$  (nếu cần thì cho sắt(III) bằng cách khử với axit ascorbic). Phức chất này được nhuộm màu da cam với phenylfluoron và màu này được so sánh với các màu thu được trong cùng điều kiện nhưng từ các dung dịch chuẩn của thiếc nguyên chất.

## 2. Thuốc thử:

Các thuốc thử đem dùng phải là loại tinh khiết phân tích và nước phải là nước cất hoặc loại nước ít nhất có độ tinh khiết tương đương.

Ngoài các thuốc thử dùng để phân hủy các chất hữu cơ còn cần dùng các thuốc thử dưới đây:

- 2.1. Axit sunfuric  $\rho_{20} = 1,84\text{g/ml}$ .
- 2.2. Axit sunpuric, dung dịch 2,5N.
- 2.3. Axit ascorbic, dung dịch 50g/l.
- 2.4. Rượu polyvinyl dung dịch 16g/l: Hoà tan 1,6g rượu polyvinyl

trong một ít nước, có làm nóng nhẹ và khuấy. Pha loãng thành 100ml sau khi để nguội.

2.5. Dung dịch đậm chứa 450g natri axetat ( $\text{NaCH}_3\text{COO}$ ) và 240ml axit axetic ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ) trong 1 lít nước.

2.6. Thiếc, dung dịch chuẩn chứa 500  $\mu\text{g/ml}$  trong môi trường axit sunfuric có nồng độ chúng 6N.

Hoà tan bằng cách đun nóng 0,5g thiếc tinh khiết trong hỗn hợp 50ml axit sunfuric (2.1), 5ml axit nitric ( $\rho_{20} = 1,42 \text{ g/ml}$  và 25ml nước. Sau khi hoà tan hoàn toàn, oxy hoá thiếc đến dạng stanic bằng cách đun sôi cho đến khi bốc khói trắng.

Để nguội, chuyển dung dịch vào bình định mức 1000ml có sẵn 116ml axit sunfuric (2.1) và 100ml nước. Để nguội và pha loãng tới 1000 ml bằng nước.

2.7. Thiếc, dung dịch chuẩn chứa 10  $\mu\text{g/ml}$  trong môi trường axit sunfuric, nồng độ chúng 0,5N.

Lấy 20ml dung dịch thiếc chuẩn (2.6) cho vào bình định mức 1000 ml. Thêm 10ml axit sunfuric (2.1) và pha loãng tới 1000ml bằng nước.

2.8. Thuốc thử phenylfluron (2,6,7 tri hydroxy 9-phenyl-3-izo-xanton).

Hòa tan 0,1g phenylfluron trong x 10ml metanol và 1ml axit clohydric đậm đặc ( $\rho_{20} = 1,19 \text{ g/ml}$ ) trong 1 bình định mức 500ml. Pha loãng bằng etanol 95%(V/V) đến vạch mức. Thuốc thử phải đựng trong lọ nâu, để chỗ tối và được bảo quản không quá 1 tuần lễ.

### 3. Thiết bị và dụng cụ:

Các thiết bị và dụng cụ thông thường, nếu không có quy định nào khác, cùng với các thiết bị, dụng cụ để phân hủy các chất hữu cơ và đặc biệt là:

3.1. Bình định mức một vạch, dung tích 50 và 200ml theo quy định hiện hành.

3.2. Pipet, dung tích 1, 2, 3, 4, 5, 10 và 20ml theo quy định hiện hành.

3.3. Phổ quang kế hay máy so màu đo ở dải sóng 500-530 nm với

kính lọc màu xanh và tế bào có của số sáng 10mm.

### 3.4. Cân phân tích:

### 4. Trình tự thử:

4.1. Chuẩn bị lượng mẫu cân: tốt nhất là cân một khối lượng mẫu chừng 10g, chính xác tới 0,01g.

### 4.2. Phân hủy chất hữu cơ:

Sau khi phân hủy mẫu xong thêm vào dung dịch thu được 5ml axit sunfuric(2.1). Để nguội rồi chuyển vào bình định mức 200ml(3.1) và pha loãng bằng nước tới vạch mức(dung dịch A).

### 4.3. So màu:

4.3.1. Dùng pipet(3.2.) cho vào một bình định mức 50ml(3.1) một thể tích thích hợp dung dịch A như sau:

- 20ml nếu hàm lượng thiếc trong mẫu dưới 50 mg/kg.
- 10ml nếu hàm lượng thiếc trong mẫu từ 50 tới 125mg/kg, pha loãng tới 20ml bằng dung dịch axit sunfuric(2.2).
- 5ml nếu hàm lượng thiếc trong mẫu trên 125mg/kg, pha loãng tới 20ml bằng dung dịch axit sunfuric(2.2).

### 4.3.2. Sau đó cho thêm theo thứ tự:

- 10ml dung dịch đậm(2.5);
- 1ml dung dịch axit ascobic(2.3);<sup>(1)</sup>
- 5ml dung dịch rượu polyvinyl(2.4);
- 5ml thuốc thử phenylfluron(2.8).

Đặt bình để tránh sự hình thành bọt của rượu polyvinyl. Để yên 5 phút.

Pha loãng bằng nước tới vạch mức và để yên 30 phút nữa rồi so màu ở bước sóng 505nm trên phổ quang kế hay máy so màu quang điện.

4.3.3. Tiến hành xác định 2 lần trên cùng một mẫu lấy để phân hủy chất hữu cơ(xem 4.1)

### 4.4. Xây dựng đồ thị chuẩn:

4.4.1. Cho vào một dãy 6 bình định mức 50ml(3.1) mỗi bình có sẵn 20ml dung dịch axit sunfuric(2.2) những thể tích dung dịch h

(1) Nếu hàm lượng sắt(III) bằng hoặc nhỏ hơn 25mg/kg thì không cần thêm axit ascobic.

thiếc chuẩn(2.7)sau:

- 0,ml tương ứng với 0  $\mu\text{g}$  thiếc
- 1 ml tương ứng với 10  $\mu\text{g}$  thiếc
- 2 ml tương ứng với 20  $\mu\text{g}$  thiếc
- 3ml tương ứng với 30  $\mu\text{g}$  thiếc
- 4ml tương ứng với 40  $\mu\text{g}$  thiếc
- 5ml tương ứng với 50  $\mu\text{g}$  thiếc

4.4.2. Rồi tiến hành như quy định ở mục 4.3.2

4.4.3. Vẽ đồ thị chuẩn biểu diễn sự khác nhau của mật độ quang là hàm số microgam thiếc

5. Cách tính:

5.1. Phương pháp tính và công thức: Bằng đồ thị chuẩn chuyển số liệu có được ở(4.3.2) thành microgam thiếc.

Lượng thiếc(x) tính bằng miligam trong 1 kg sản phẩm được tính theo công thức:

$$X = \frac{m_1}{1000} \times \frac{200}{V} \times \frac{10^3}{m_0} = \frac{m_1 \times 200}{V \times m_0},$$

Trong đó:

- $m_0$ : khối lượng lượng mẫu cân, tính bằng gam
- $m_1$ : khối lượng thiếc tìm được trên đồ thị, tính bằng microgam
- $V$ : Thể tích dung dịch A lấy để so màu, tính bằng mililit,  
(4.3.1)

Lấy trung bình cộng của những lần xác định làm kết quả, nếu yêu cầu về độ lặp lại được thoả mãn(5.2).

5.2. Độ lặp lại:

Chênh lệch kết quả giữa hai lần xác định song song hoặc liên tiếp nhanh do cùng một người phân tích không vượt quá 5% giá trị trung bình.

## 6. Biên bản thử:

Trong biên bản thử phải ghi phương pháp thử đã dùng và kết quả đạt được. Cũng phải đề cập đến những điều kiện thực nghiệm mà tiêu chuẩn này không quy định hay coi như không bắt buộc cũng như bất kỳ những điều kiện nào có thể ảnh hưởng tới kết quả.

Biên bản thử phải bao gồm tất cả những chi tiết để nhận biết đầy đủ về mẫu thử.