

Lời nói đầu

TCVN 8117 : 2009 hoàn toàn tương đương với ISO 5515 : 1979;

TCVN 8117 : 2009 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC/F10 *Rau quả và sản phẩm rau quả* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Rau quả và sản phẩm rau quả –

Phân huỷ chất hữu cơ trước khi phân tích – Phương pháp ướt

Fruits, vegetable and derived products –

Decomposition of organic matter prior to analysis – Wet method

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp phân huỷ chất hữu cơ trong rau quả hoặc sản phẩm rau quả bằng cách phân huỷ ướt trước khi phân tích hàm lượng khoáng chất (kim loại) của chúng.

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 7150 (ISO 835), *Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh – Pipet chia độ.*

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

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

TCVN 7771 (ISO 2173), *Sản phẩm rau, quả – Xác định chất rắn hoà tan – Phương pháp khúc xạ.*

3 Nguyên tắc

Đốt phần mẫu thử cho đến khi tất cả các chất hữu cơ được phân huỷ và dung dịch trong suốt thu được với:

- axit sulfuric và axit nitric và trong trường hợp cụ thể có dùng hydro peroxit, hoặc;
- axit sulfuric và axit nitric có bổ sung axit perchloric.

4 Thuốc thử

Chỉ sử dụng các thuốc thử loại tinh khiết phân tích.

Để chuẩn bị các dung dịch, rửa các dụng cụ thủy tinh trước và trong quá trình thử, chỉ sử dụng nước được cất bằng thiết bị borosilicat hoặc silic dioxit và được bảo quản trong chai thủy tinh borosilicat hoặc silic dioxit.

4.1 Axit nitric, $\rho_{20} = 1,42 \text{ g/ml}$.

4.2 Axit sulfuric, $\rho_{20} = 1,84 \text{ g/ml}$.

4.3 Hydro peroxit, dung dịch 30 % (khối lượng), nếu cần (xem 6.3.2).

4.4 Axit perchloric, $\rho_{20} = 1,67 \text{ g/ml}$, nếu cần (xem 6.4).

4.5 Axit clohydric, dung dịch 5 N, nếu cần (xem 6.4).

Dùng nước để pha loãng 382,5 ml axit clohydric đậm đặc $\rho_{20} = 1,19 \text{ g/ml}$, đến 1000 ml.

4.6 Amoni oxalat $[(\text{COONH}_4)_2]$, dung dịch đậm đặc, trong trường hợp dùng để xác định thiếc (xem 6.4) thì dùng khoảng 5 g trong 100 ml.

5 Thiết bị, dụng cụ

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

5.1 Bình Kjeldahl, 300 ml, được làm bằng thủy tinh borosilicat hoặc silic dioxit.

5.2 Bình phân hủy, có thể kiểm soát được nhiệt độ.

5.3 Tủ hút.

5.4 Bi thủy tinh, được làm bằng thủy tinh borosilicat

5.5 Bình định mức một vạch, 50 ml hoặc 100 ml, phù hợp với TCVN 7153 (ISO 1042).

5.6 Pipet, dung tích thích hợp, loại một vạch phù hợp với TCVN 7151 (ISO 648), hoặc loại chia độ, phù hợp với TCVN 7150 (ISO 835).

CHÚ THÍCH Trước khi sử dụng, rửa tất cả dụng cụ thủy tinh bằng axit nitric nóng (4.1), và tráng kỹ bằng nước, nước cất.

5.7 Cân phân tích.

6 Cách tiến hành

6.1 Chuẩn bị mẫu thử

Loại bỏ hạt và nhân, nếu cần, sau đó nghiền kỹ mẫu.

Đối với các mẫu thử đông lạnh, mẫu phải được rã đông trước trong vật chứa kín, chất lỏng tan ra trong quá trình rã đông được gộp vào mẫu thử trước khi nghiền.

6.2 Phần mẫu thử

6.2.1 Mẫu dạng lỏng

Cân 5 g đến 10 g mẫu thử, chính xác đến 0,001 g hoặc dùng pipet (5.6) lấy 5 ml đến 10 ml mẫu thử cho vào bình Kjeldahl (5.1).

6.2.2 Mẫu dạng khác

Cân 5 g đến 10 g mẫu thử, chính xác đến 0,001 g (trừ các trường hợp đặc biệt, xem 7.1) cho vào bình Kjeldahl (5.1).

6.3 Phân huỷ mẫu thử không sử dụng axit percloric

6.3.1 Các mẫu thử có hàm lượng chất rắn hoà tan nhỏ hơn 40 % (khối lượng) [xem TCVN 7771 (ISO 2173)].

Thêm vào phần mẫu thử một hỗn hợp gồm 30 ml axit nitric (4.1) và tối thiểu 10 ml axit sulfuric (4.2) cùng với một số viên bi thủy tinh (5.4).

Trong một vài trường hợp, nên để hỗn hợp trong bình trong một thời gian (ví dụ: để qua đêm) để đạt hiệu quả khi thủy phân sơ bộ.

Đặt bình chứa hỗn hợp vào giá đỡ bình phân huỷ (5.2) và đun cẩn thận, tránh tạo bọt quá mức.

Nếu cần, ngừng đun và chỉ bắt đầu đun lại khi hỗn hợp tạo bọt mạnh đã ngừng.

Đun chất lỏng đến sôi càng nhanh càng tốt và tiếp tục đun cho đến khi chất lỏng bắt đầu chuyển màu nâu. Sau đó, bắt đầu thêm từ từ từng giọt từ 1 ml đến 2 ml axit nitric (4.1).

Đun sôi lại sau mỗi lần thêm, không đun quá mạnh. Một lượng nhỏ axit nitric luôn được giữ lại trong hỗn hợp và có thể nhận thấy qua sự có mặt của hơi nitơ.

Khi dung dịch không còn chuyển màu nâu thì ngừng thêm axit nitric. Tiếp tục đun cho đến khi xuất hiện khói trắng, chứng tỏ nồng độ của axit sulfuric cao và đã khử được axit nitric. Nếu dung dịch trở lại màu nâu, thì tiếp tục thêm axit nitric và lặp lại các thao tác như trên cho đến khi mất màu nâu.

Để nguội dung dịch. Dung dịch được coi là phân huỷ hoàn toàn khi không còn màu hoặc có màu xanh nhạt hoặc màu vàng nhạt.

Cẩn thận thêm 15 ml nước và để nguội dung dịch rồi đun sôi cho đến khi xuất hiện khói trắng. Lặp lại thao tác này thêm hai lần nữa.

Làm nguội và pha loãng cẩn thận dung dịch với 5 ml đến 20 ml nước.

Sử dụng toàn bộ dung dịch này để phân tích hàm lượng khoáng này để phân tích hàm lượng khoáng. Cách khác, chuyển toàn bộ dung dịch này vào bình định mức 50 ml hoặc 100 ml (5.5) và thêm nước đến vạch.

6.3.2 Mẫu thử có hàm lượng chất rắn hoà tan trên 40 % (khối lượng) [xem TCVN 7771 (ISO 2173)]

Tiến hành theo 6.3.1.

Nếu sau khi thêm từ từ 10 ml axit nitric (4.1) vào giai đoạn cuối của quá trình đun nóng mà quá trình phân huỷ không hoàn toàn, thì làm nguội dung dịch màu nâu và thêm từ từ từng giọt từ 1 ml đến 2 ml dung dịch hydro peroxit (4.3) và một vài giọt axit nitric.

Đun nhẹ sau đó tăng mạnh dần cho đến khi xuất hiện khói màu nâu.

Lặp lại các thao tác này cho đến khi dung dịch mất màu. Đun sôi cho đến khi axit nitric bị loại hết và xuất hiện khói trắng.

Nếu dung dịch vẫn chuyển màu nâu, thì tiếp tục thêm axit nitric và hydro peroxit và tiến hành các thao tác như trên cho đến khi mất màu nâu. Để nguội dung dịch. Quá trình phân huỷ kết thúc khi dung dịch vẫn không mất màu sau khi làm nguội.

Sau đó thêm 15 ml nước và đun cho đến khi xuất hiện khói trắng. Lặp lại thao tác này thêm hai lần.

Để nguội và pha loãng cẩn thận dung dịch với 5 ml đến 20 ml nước.

Sử dụng tất cả dung dịch này cho phép phân tích hàm lượng khoáng. Cách khác, chuyển toàn bộ dung dịch vào bình định mức 50 ml hoặc 100 ml (5.5) và pha loãng bằng nước đến vạch.

6.4 Phân huỷ mẫu thử sử dụng axit perchloric

6.4.1 CẢNH BÁO

Khi tiếp xúc với các hợp chất dễ oxy hoá hoặc dễ cháy hoặc các chất khử nước hoặc chất khử có thể gây ra cháy hoặc nổ.

Người sử dụng axit perchloric sẽ phải biết được các mối nguy do axit này gây ra. Các thông tin an toàn gồm:

- a) Nếu có axit perchloric bị bắn ra thì rửa ngay bằng nước.
- b) Tủ hút khói, đường ống và thiết bị khác để thoát hơi axit perchloric sẽ phải làm bằng vật liệu trơ hoá học và được thiết kế để dễ rửa bằng nước. Hệ thống thoát sẽ phải thải ra nơi an toàn và bộ phận thông gió phải dễ làm sạch.
- c) Tránh xử lý các hợp chất hữu cơ trong tủ hút khói được dùng để phân hủy axit perchloric.
- d) Sử dụng găng tay, tấm chắn bảo vệ và thiết bị khác để bảo vệ người phân tích.
- e) Chỉ thêm axit perchloric vào dung dịch pha loãng có chứa axit nitric. Không được để bay hơi đến khô.
- f) Dung dịch axit perchloric khi tiếp xúc với chất khử nước mạnh như phospho clorua hoặc axit sulfuric đậm đặc có thể gây nổ do axit perchloric khan.

Axit perchloric rất nhạy với sự va chạm cơ học và nhiệt khi nồng độ vượt quá 72 %.

6.4.2 Mẫu thử có hàm lượng chất rắn hoà tan dưới 15 % (khối lượng) [xem TCVN 7771 (ISO 2173)] và hầu như không chứa tinh bột.

Thêm vào phần mẫu thử 6 ml đến 8 ml axit nitric (4.1) và đun sôi.

Để nguội và thêm 6 ml đến 8 ml axit nitric (4.1), 4 ml axit sulfuric (4.2) và 3 ml axit perchloric (4.4). Trước tiên đun nhẹ, sau đó mạnh dần cho đến khi dung dịch trở nên không màu (hoặc có màu xanh hoặc màu vàng) và xuất hiện khói trắng.

Nếu dung dịch không mất màu sau 20 min đến 25 min, thì để nguội, rồi thêm một vài mililit axit nitric (4.1) và 1 ml đến 2 ml axit perchloric (4.4) và đun sôi trong 4 min đến 5 min. Làm nguội. Thời gian phân hủy khoảng từ 25 min đến 35 min.

6.4.3 Mẫu thử có chứa hàm lượng chất rắn hoà tan từ 15 % đến 25 % (khối lượng) hoặc thấp hơn 15 % (khối lượng) [xem TCVN 7771 (ISO 2173)] và chứa một lượng đáng kể tinh bột.

Thêm vào phần mẫu thử từ 6 ml đến 8 ml axit nitric (4.1) và đun sôi. Dung dịch vẫn chứa một lượng nhỏ axit nitric sau khi đun sôi. Tốt nhất là sau khi làm nguội thêm tiếp một lượng từ 6 ml đến 8 ml axit nitric và đun sôi lại. Lặp lại quá trình này thêm một lần nữa.

Để nguội, thêm từ 6 ml đến 8 ml axit nitric (4.1), 4 ml axit sulfuric (4.2) và 3 ml đến 5 ml axit perchloric (4.4) rồi đun đến khi dung dịch trở nên không màu. Làm nguội. Thời gian phân hủy khoảng từ 35 min đến 45 min.

6.4.4 Mẫu thử có hàm lượng chất rắn hoà tan trên 25 % (khối lượng) [xem TCVN 7771 (ISO 2173)]

Thêm vào phần mẫu thử khoảng từ 6 ml đến 8 ml axit nitric (4.1), để qua đêm rồi đun sôi.

Sau khi làm nguội thêm từ 6 ml đến 8 ml axit nitric và đun sôi. Lặp lại qui trình này thêm một hoặc hai lần.

Sau khi làm nguội thêm 6 ml đến 8 ml axit nitric và 4 ml axit sulfuric (4.2). Quá trình phân huỷ mạnh không cần đun nóng. Sau khi phản ứng kết thúc, làm nguội, thêm 4 ml đến 6 ml axit nitric và 3 ml đến 5 ml axit perchloric và đun sôi cho đến khi dung dịch trở nên không màu. Làm nguội. Thời gian phân huỷ khoảng từ 120 min đến 150 min.

6.4.5 Đối với tất cả các mẫu

Trong tất cả các trường hợp (6.4.2, 6.4.3 và 6.4.4), loại hết các vết axit nitric và axit perchloric còn lại. Thêm 10 ml nước vào dung dịch lạnh và đun sôi cho đến khi xuất hiện khói trắng. Làm nguội, thêm 15 ml axit clohydric (4.5) và đun sôi lại cho đến khi xuất hiện khói trắng.

CHÚ THÍCH Để xác định arsen, đun sôi với nước thay cho việc dùng axit clohydric. Để xác định thiếc thêm dung dịch amoni oxalat đậm đặc (4.6).

Sử dụng toàn bộ dung dịch này để phân tích hàm lượng khoáng. Cách khác, chuyển một lượng dung dịch vào bình định mức 50 ml hoặc 100 ml (5.5) và pha loãng bằng nước đến vạch.

7 Trường hợp đặc biệt

7.1 Các mẫu khử nước

Sử dụng qui trình mô tả trong 6.3 hoặc 6.4, theo hàm lượng chất rắn hoà tan của mẫu, nhưng sử dụng 2 g đến 5 g phần mẫu thử (6.2.2) với 30 ml nước.

7.2 Các mẫu chứa etanol

Thêm vào phần mẫu thử (6.2) 100 ml nước. Đun sôi cho đến khi bay hơi hết nước.

Sau đó sử dụng qui trình mô tả trong 6.3 hoặc 6.4 tùy theo hàm lượng chất rắn hoà tan của mẫu.

8 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải chỉ rõ phương pháp sử dụng. Cụ thể phải ghi rõ khối lượng của phần mẫu thử, có thêm hydro peroxit không hoặc khi tiến hành phân huỷ bằng axit perchloric liệu dung dịch có cần đến 50 ml hoặc 100 ml không. Báo cáo thử nghiệm cũng phải đề cập đến mọi chi tiết thao tác không được quy định trong tiêu chuẩn này hoặc những điều được coi là tùy ý cũng như bất kỳ sự cố nào có thể ảnh hưởng đến kết quả thử.

Báo cáo thử nghiệm phải đưa ra mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu thử.