TCVN TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 10916 : 2015

Xuất bản lần 1

THỰC PHẨM – XÁC ĐỊNH CÁC CHẤT KHOÁNG TRONG THỨC ĂN VÀ THỰC PHẨM DINH DƯỠNG ĐẶC BIỆT - PHƯƠNG PHÁP QUANG PHỔ HẤP THỤ NGUYÊN TỬ

Foodstuffs – Determination of minerals in infant formual and enteral products – Atomic absorption spectrophotometric method

HÀ NỘI - 2015

Lời nói đầu

TCVN 10916:2015 được xây dựng trên cơ sở tham khảo AOAC 985.35 *Minerals in Infant Formula, Enteral Products and Pet Foods. Atomic Absorption Spectrophotometric Method*;

TCVN 10916:2015 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC/F13 *Phương pháp phân tích và lấy mẫu* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Thực phẩm - Xác định các chất khoáng trong thức ăn công thức và thực phẩm dinh dưỡng đặc biệt - Phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử

Foodstuffs - Determination of minerals in infant fomula and enteral products - Atomic absorption spectrophotometric method

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định hàm lượng các chất khoáng: canxi, magie, sắt, kẽm, đồng, mangan, natri và kali trong thức ăn công thức và thực phẩm dinh dưỡng đặc biệt bằng đo quang phổ hấp thụ nguyên tử (AAS).

Các kết quả nghiên cứu liên phòng về chấp nhận phương pháp được nêu trong Phụ lục B.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau là rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn. 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 (nếu có).

TCVN 4851 (ISO 3696), *Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử.*

3 Nguyên tắc

Mẫu được tro hóa khô trong lò nung để phân hủy chất nền hữu cơ. Tro được hòa tan trong axit loãng và chất phân tích được xác định bằng đo quang phổ hấp thụ nguyên tử.

4 Thuốc thử

4.1 Yêu cầu chung

Chỉ sử dụng thuốc thử loại tinh khiết phân tích và sử dụng nước cất hoặc nước đã loại ion có điện trở 18 MΩ để chuẩn bị các dung dịch chuẩn và dung dịch mẫu thử, trừ khi có quy định khác.

4.2 Axit clohydric (HCl), 37 % khối lượng.

4.3 Axit clohydric (HCl), dung dịch 6 M

4.4 Axit clohydric (HCl), dung dịch 3 M

4.5 Axit clohydric (HCl), dung dịch 0,1 M.

4.6 Axit nitric (HNO_3), siêu tinh khiết hoặc được chưng cất lại.

4.7 Axit nitric (HNO_3), dung dịch 1 M.

4.8 Axit nitric (HNO_3), 20 % thể tích.

4.9 Lantan oxit (La_2O_3), độ tinh khiết 99,99 % đạt chất lượng để phân tích AAS.

4.10 Dung dịch lantan ($LaCl_3$) 1 % (khối lượng/thể tích)

Cân khoảng 11,6 g đến 11,8 g lantan oxit (4.9), chính xác đến 0,01 g và chuyển vào bình định mức 1 lít (5.2). Thêm một lượng nước đủ để làm ướt bột và thêm từ từ 50 ml axit clohydric đặc (4.2) (Chú ý: phản ứng tỏa nhiệt). Để cho bột tan và thêm nước đến vạch rồi trộn. Dung dịch này khi được bảo quản ở nhiệt độ phòng có thể bền trong 6 tháng.

4.11 Dung dịch cesi (CsCl), 10 % (khối lượng/thể tích)

Cân 12,6 g đến 12,8 g cesi clorua, chính xác đến 0,01 g và chuyển vào bình định mức 100 ml (5.2). Thêm nước đến vạch và trộn. Dung dịch này bền trong 6 tháng.

4.12 Dung dịch chuẩn gốc

Có thể sử dụng các dung dịch chuẩn gốc có bán sẵn trên thị trường hoặc chuẩn bị bằng cách sau:

4.12.1 Dung dịch chuẩn gốc natri, 1 000 µg/ml.

Sấy khô natri clorua (NaCl) 2 h trong tủ sấy (5.7) ở 110 °C, để nguội trong bình hút ẩm (5.9). Dùng cân (5.4) cân 2,5421 g natri clorua đã sấy khô cho vào bình định mức 1 lít (5.2) và thêm nước đến vạch.

4.12.2 Dung dịch chuẩn gốc kali, 1 000 µg/ml.

Sấy khô kali clorua (KCl) 2 h trong tủ sấy (5.7) ở 110 °C, để nguội trong bình hút ẩm (5.9). Dùng cân (5.4) cân 1,9068 g kali clorua đã sấy khô cho vào bình định mức 1 lít (5.2) và thêm nước đến vạch.

4.12.3 Dung dịch chuẩn gốc canxi, 25 µg/ml

Hòa tan 1,249 g canxi cacbonat trong một lượng nhỏ nhất dung dịch axit clohydric (4.4) trong bình định mức 1 lít (5.2). Pha loãng đến 1 lít. Cho 50 ml dung dịch pha loãng này vào bình định mức 1 lít (5.2) khác và thêm nước đến vạch.

4.12.4 Dung dịch chuẩn gốc đồng, 1 000 µg/ml

Hòa tan 1,000 g kim loại đồng tinh khiết trong một lượng nhỏ nhất dung dịch axit nitric (4.6) và thêm 5 ml axit clohydric (4.2). Cho bay hơi đến khô và pha loãng đến 1 lít bằng axit clohydric (4.5).

4.12.5 Dung dịch chuẩn gốc sắt, 1 000 µg/ml

Hòa tan 1,000 g dây sắt tinh khiết trong khoảng 30 ml dung dịch axit clohydric (4.3) có đun sôi. Pha loãng đến 1 lít.

4.12.6 Dung dịch chuẩn gốc magie, 1 000 µg/ml

Cho 1,000 g kim loại magie tinh khiết vào 50 ml nước và thêm từ từ 10 ml axit clohydric (4.2). Pha loãng đến 1 lít.

4.12.7 Dung dịch chuẩn gốc mangan, 1 000 µg/ml

Hòa tan 1,582 g mangan oxit trong khoảng 30 ml dung dịch axit clohydric (4.3). Đun sôi để loại hết clo và pha loãng đến 1 lít.

4.12.8 Dung dịch chuẩn gốc kẽm, 1 000 µg/ml

Hòa tan 1,000 g kim loại kẽm tinh khiết trong khoảng 10 ml dung dịch axit clohydric (4.3). Pha loãng đến 1 lít.

4.12.9 Dung dịch chuẩn làm việc

Chuẩn bị các dung dịch chuẩn làm việc từ các dung dịch chuẩn gốc (4.12) bao trùm dải nồng độ cần phân tích.

5 Thiết bị, dụng cụ

5.1 Yêu cầu chung

Các dụng cụ thủy tinh được sử dụng phải được tráng rửa kỹ bằng cách ngâm qua đêm trong axit nitric (4.8), tráng lại ba lần bằng nước quy định trong 4.1 trước khi sử dụng.

5.2 Bình định mức, dung tích 50 ml, 100 ml, 1 lít.

5.3 Lò vi sóng.

5.4 Cân, có thể cân chính xác đến 0,1 mg.

5.5 Chén nung bằng sứ không tráng men hoặc **chén nung bằng platin,** dung tích 100 ml, đáy

phẳng, có miệng rót, chịu được nhiệt độ 600 °C .

5.6 Pipet.

5.7 Tủ sấy, có thể duy trì được nhiệt độ ở 100 °C và 110 °C.

5.8 Lò nung, có nhiệt kế để kiểm soát nhiệt độ trong dải từ 250 °C đến 600 °C, với dung sai ± 10 °C.

5.9 Bình hút ẩm.

5.10 Thiết bị đo quang phổ hấp thụ nguyên tử, cần duy trì được độ nhạy tốt trên đơn vị nồng độ,

VÍ DỤ: Độ hấp thụ 0,200 hoặc nồng độ đồng trên 4 mg/l.

5.11 Giấy lọc không tro.

5.12 Bếp điện hoặc nồi cách thủy.

6 Cách tiến hành

6.1 Phần mẫu thử

Cho phần mẫu thử vào chén nung (5.5) sạch [có thể chứa 5 g giấy lọc (5.11) để dễ dàng cho việc xử lý mẫu]. Lượng mẫu chính xác cần lấy phụ thuộc vào nồng độ các chất khoáng có mặt. Đối với mẫu dạng bột, lấy ≥ 1,5 g. Đối với mẫu dạng lỏng thường 25 ml là đủ. Đối với một số loại khoáng, sắt, đồng hoặc mangan, thường có mặt ở các mức rất thấp, nên có thể cần đến lượng lớn nhưng không lớn hơn 50 ml.

LƯU Ý: đối với mẫu thử dạng lỏng, lắc kỹ vật chứa trước khi cân.

6.2 Tro hóa

Sấy khô phần mẫu thử trong tủ sấy (5.7) ở 100 °C qua đêm hoặc trong lò vi sóng (5.3) khoảng 30 min. Sau khi khô, đốt trên bếp điện (5.12) cho đến khi hết khói, sau đó đặt chén vào lò nung (5.8) ở 525 °C (cẩn thận để tránh bắt lửa) trong khoảng thời gian tối thiểu cần thiết để thu được tro màu trắng và hết hẳn cacbon, thường từ 3 h đến 5 h (dưới 8 h). Lấy chén nung ra khỏi lò và để nguội. Tro phải có màu trắng và hết hẳn cacbon. Nếu tro còn chứa các hạt cacbon (tro màu xám), thì làm ướt tro bằng nước và dùng pipet (5.6) thêm từ 0,5 ml đến 3,0 ml axit nitric (4.8). Làm khô trên bếp điện (5.12) hoặc nồi cách thủy và đặt lại chén vào lò nung ở 525 °C từ 1 h đến 2 h.

Hòa tan tro bằng 5 ml dung dịch axit nitric (4.7), làm nóng trên nồi cách thủy hoặc bếp điện (5.12), khoảng 2 min đến 3 min để hòa tan tro. Cho dung dịch này vào bình định mức 50 ml (5.2) và lặp lại quá trình này 2 lần nữa với axit nitric (4.7), sau đó thêm axit nitric đến vạch.

Nếu cần, pha loãng thêm bằng dung dịch axit nitric (4.7) để đưa nồng độ về dải tuyến tính của thiết bị.

6.3 Xác định

Đối với phép xác định canxi và magie, bổ sung dung dịch lantan (4.10) vào dung dịch pha loãng cuối cùng của từng dung dịch chuẩn và dung dịch thử để có được 0,1 % (khối lượng/thể tích) lantan.

Đối với phép xác định natri và kali, bổ sung dung dịch cesi (4.11) vào dung dịch pha loãng cuối cùng của từng dung dịch chuẩn và dung dịch thử để có được 0,5 % (khối lượng/thể tích) cesi (0,04 M).

6.4 Dung dịch mẫu trắng

Chuẩn bị dung dịch mẫu trắng để kiểm tra tất cả các thuốc thử, dụng cụ thủy tinh và kiểm tra quy trình.

6.5 Dựng đường chuẩn

Xác định độ hấp thụ của các dung dịch mẫu thử pha loãng, sử dụng thiết bị đo phổ hấp thụ nguyên tử (5.10) với bước sóng và ngọn lửa qui định trong Bảng 1. Tối ưu hóa các thông số ngọn lửa theo hướng dẫn của nhà sản xuất. Chuẩn bị các dung dịch hiệu chuẩn thiết bị bao trùm dải nồng độ tuyến tính của đường chuẩn. Xem hướng dẫn của nhà sản xuất thiết bị.

Bảng 1 – Bước sóng và thông số ngọn lửa

Nguyên tố	Bước sóng nm	Cài đặt thiết bị dải UV/VIS	Ngọn lửa
Canxi	422,7	211- VIS	không khí khử, axetylen
Đồng	324,7	325-UV	không khí ôxi hóa, axetylen
Sắt	248,3	248- VIS	không khí ôxi hóa, axetylen
Kali	766,5 hoặc 769,9	383- VIS	không khí ôxi hóa, axetylen
Natri	589,0	295- VIS	không khí ôxi hóa, axetylen
Magie	285,2	285-UV	không khí ôxi hóa, axetylen
Mangan	279,5	279-UV	không khí ôxi hóa, axetylen
Kẽm	213,9	214-UV	không khí ôxi hóa, axetylen

7 Tính kết quả

Xác định hàm lượng chất khoáng, X, có trong mẫu thử, tính bằng miligam trên kilogam, sử dụng Công thức (1):

$$X = \frac{a \times V \times f}{m} \qquad (1)$$

Trong đó:

a là nồng độ chất khoáng trong dung dịch mẫu thử, thu được sau khi tro hóa hoặc trong dung dịch pha loãng thích hợp, thu được từ đường chuẩn theo độ hấp thụ A (6.3), tính bằng microgam trên mililit (µg/ml);

V là thể tích dung dịch mẫu thử thu được sau khi tro hóa, tính bằng mililit (ml) (ở đây, $V = 50$ ml);

f là hệ số pha loãng của dung dịch mẫu thử, (trong trường hợp không pha loãng thì $f = 1$);

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

8 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải bao gồm:

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 sử dụng, viện dẫn tiêu chuẩn này;

d) kết quả và đơn vị biểu thị kết quả;

e) mọi chi tiết thao tác không được quy định trong tiêu chuẩn này hoặc những điều được coi là tuỳ chọn có thể ảnh hưởng đến kết quả.

Phụ lục A

(Tham khảo)

Kết quả thử liên phòng thử nghiệm

Các kết quả nghiên cứu của 8 phòng thử nghiệm về xác định các chất khoáng được nêu trong Bảng A.1.

Bảng A.1 – Kết quả nghiên cứu liên phòng thử nghiệm trên thức ăn công thức bằng phương pháp phổ hấp thụ nguyên tử[a]

Thức ăn công thức	Giá trị trung bình, µg/g	Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r	Độ lệch chuẩn tái lập, s_R	Hệ số biến thiên lặp lại, RSD_r, %	Hệ số biến thiên tái lập RSD_R, %	Giới hạn lặp lại, r[b]	Giới hạn tái lập, R[c]
Canxi							
Thức ăn dinh dưỡng đặc biệt 7	660		70		11		196,0
RTF[d] đậu tương 2	808		81		10		226,8
RTF đậu tương (4 và 6)[e]	660	36	73	5,4	11	100,8	204,4
Bột đậu tương (1 và 5)[e]	5270	320	482	6,1	9,2	896,0	1349,6
Whey bột	3510		194		5,5		543,2
Magie							
Thức ăn dinh dưỡng đặc biệt 7	208		12,7		6,8		35,6
RTF đậu tương (2 và 6)[e, f]	69,9	3,1	3,7	4,4	5,3	8,7	10,4
RTF đậu tương 4	101		3,8		3,8		10,6
Bột đậu tương (1 và 5)[e]	454	15,8	24,1	3,5	5,3	44,2	67,5
Whey bột 3	367		17,6		4,8		49,3
Kẽm							
Thức ăn dinh dưỡng đặc biệt 7	11,0		0,89		8,0		2,49
RTF đậu tương 2	7,50		0,52		6,9		1,46
RTF đậu tương (4 và 6)[e]	6,45	0,43	0,51	6,7	7,9	1,20	1,43
Bột đậu tương (1 và 5)[e]	44,3	0,87	3,2	2,0	7,2	2,44	8,96
Whey bột 3	48,3		3,3		6,8		9,24
Đồng							
Thức ăn dinh dưỡng đặc biệt 7	1,02		0,12		12		0,34
RTF đậu tương (2 và 4)[e]	0,80	0,056	0,106	7,0	13	0,157	0,30
RTF đậu tương 6	0,56		0,06		11		0,17
Bột đậu tương (1 và 5)[e]	3,90	0,19	0,30	4,8	7,6	0,53	0,84
Whey bột 3	4,76		0,23		4,8		0,64

Sắt							
Thức ăn dinh dưỡng đặc biệt 7	10,1		0,6		5,9		1,68
RTF đậu tương (2 và 4)[e]	12,8	0,53	0,53	4,1	4,1	1,48	1,48
RTF đậu tương 6	13,5		0,56		4,1		1,57
Bột đậu tương (1 và 5)[e]	89,6	5,6	7,6	6,2	8,4	15,7	21,28
Whey bột 3	95		4,5		4,8		12,6
Mangan							
Thức ăn dinh dưỡng đặc biệt 7	1,67		0,10		6,1		0,28
RTF đậu tương (2 và 6)[e]	0,305	0,015	0,026	4,8	8	0,042	0,073
RTF đậu tương 4	0,408		0,056		14		0,157
Bột đậu tương (1 và 5)[e]	2,87	0,32	0,40	11,0	13	0,896	1,12
Whey bột 3	0,87		0,093		11		0,26
Kali							
Thức ăn dinh dưỡng đặc biệt 7	1340		85		6,8		238
RTF đậu tương 2	1050		28		2,7		78,4
RTF đậu tương (4 và 6)[e, f]	840	14	18	2,0	2,1	39,2	50,4
Bột đậu tương (1 và 5)[e]	6390	128	356	2,0	5,6	358,4	996,8
Whey bột 3	5080		153		3,0		428,4
Natri							
Thức ăn dinh dưỡng đặc biệt 7	544		20		3,7		56
RTF đậu tương 2	312		9,4		3,0		26,32
RTF đậu tương (4 và 6)[e, f]	238	13,7	13,7	5,8	5,8	38,36	38,36
Bột đậu tương (1 và 5)[e]	2090	73	90	3,5	4,3	204,4	252
Whey bột 3	1290		87		6,7		243,6

[a] Dữ liệu thu được từ 8 phòng thử nghiệm đã được dùng để phân tích thống kê.

[b] $r = 2,8 \times s_r$.

[c] $R = 2,8 \times s_R$.

[d] RTF = ăn liền.

[e] Các cặp kết hợp.

[f] Các kết quả thu được từ 7 phòng thử nghiệm (1 phòng ngoại lệ Grubbs).

Thư mục tài liệu tham khảo

[1] AOAC 965.09 Nutrients (Minor) in Fertinlizers. Atomic Absorption Spectrophotometric Method

[2] AOAC 969.23 Sodium and Potassium in Seafood. Flame Photometric Method