

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 10641:2014**

Xuất bản lần 1

**THỰC PHẨM – XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CANXI, ĐỒNG, SẮT,  
MAGIE, MANGAN, PHOSPHO, KALI, NATRI VÀ KẼM TRONG  
THỨC ĂN CÔNG THỨC DÀNH CHO TRẺ SƠ SINH –  
PHƯƠNG PHÁP ĐO PHỔ PHÁT XẠ PLASMA  
CẢM ỨNG CAO TẦN**

*Foodstuffs – Determination of calcium, copper, iron, magnesium, manganese,  
phosphorus, potassium, sodium, and zinc in infant formula –  
Inductively coupled plasma emission spectroscopic method*

HÀ NỘI - 2014

## Lời nói đầu

TCVN 10641:2014 được xây dựng dựa trên cơ sở AOAC 984.27 *Calcium, copper, iron, magnesium, manganese, phosphorus, potassium, sodium, and zinc in infant formula. Inductively coupled plasma emission spectroscopic method*;

TCVN 10641:2014 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 hàm lượng canxi, đồng, sắt, magie, mangan, phospho, kali, natri và kẽm trong thức ăn công thức dành cho trẻ sơ sinh - Phương pháp đo phổ phát xạ plasma cảm ứng cao tần**

*Foodstuffs – Determination of calcium, copper, iron, magnesium, manganese, phosphorus, potassium, sodium, and zinc in infant formula – Inductively coupled plasma emission spectroscopic method*

**CẢNH BÁO** – Khi áp dụng tiêu chuẩn này có thể liên quan đến các vật liệu, thiết bị và các thao tác gây nguy hiểm. Tiêu chuẩn này không thể đưa ra tất cả các vấn đề an toàn liên quan đến việc sử dụng chúng. Người sử dụng tiêu chuẩn này phải tự thiết lập các thao tác an toàn sức khỏe thích hợp và xác định khả năng áp dụng các giới hạn quy định trước khi sử dụng tiêu chuẩn.

## 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng canxi, đồng, sắt, magie, mangan, phospho, kali, natri và kẽm trong thức ăn công thức dành cho trẻ sơ sinh bằng đo phổ phát xạ plasma cảm ứng cao tần.

## 2 Nguyên tắc

Phản mẫu thử được phân hủy trong hỗn hợp axit nitric/axit perchloric ( $\text{HNO}_3/\text{HClO}_4$ ) và các nguyên tố được xác định bằng đo phổ phát xạ plasma cảm ứng cao tần.

## 3 Thuốc thử

Chỉ sử dụng thuốc thử tinh khiết phân tích, trừ khi có quy định khác và sử dụng nước đã loại ion hoặc nước có chất lượng tương đương.

### 3.1 Axit perchloric ( $\text{HClO}_4$ ), được cất hai lần<sup>1)</sup>.

<sup>1)</sup> G. Frederick Smith Chemical Co. là ví dụ về nhà cung cấp sản phẩm trên thị trường. Thông tin này đưa ra tạo thuận lợi cho người sử dụng tiêu chuẩn và không ấn định phải sử dụng chúng. Có thể sử dụng các sản phẩm tương tự nếu cho kết quả tương đương.

## **TCVN 10641:2014**

### **3.2 Axit perchloric, dung dịch 20 %**

Pha loãng 10 ml axit perchloric (3.1) bằng nước đến 50 ml.

### **3.3 Axit nitric (HNO<sub>3</sub>) đặc, nồng độ từ 69 % đến 71 %.**

### **3.4 Axit nitric, dung dịch 10 %.**

### **3.5 Axit clohydric (HCl) đặc, nồng độ từ 36,5 % đến 38,0 %.**

### **3.6 Axit clohydric, dung dịch 5 M.**

### **3.7 Axit clohydric, dung dịch 1 M.**

### **3.8 Dung dịch chuẩn gốc, nồng độ 1 000 µg/ml**

#### **3.8.1 Dung dịch chuẩn gốc canxi**

Cho 2,4973 g canxi cacbonat (CaCO<sub>3</sub>) vào bình định mức 1 lít (4.7) có chứa 300 ml nước, thêm 10 ml axit clohydric (3.5). Sau khi cacbonic (CO<sub>2</sub>) được giải phóng, pha loãng dung dịch bằng nước đến 1 lít.

#### **3.8.2 Dung dịch chuẩn gốc đồng**

Hòa tan 1,000 g đồng (Cu) trong 10 ml axit clohydric (3.5) cùng với 5 ml nước, nhỏ từng giọt axit nitric (3.3) vào dung dịch cho đến khi hòa tan hoàn toàn. Đun sôi cho hết khói, để nguội và pha loãng bằng nước đến 1 lít.

#### **3.8.3 Dung dịch chuẩn gốc sắt**

Hòa tan 1,000 g dây sắt trong 20 ml dung dịch axit clohydric 5 M (3.6), pha loãng bằng nước đến 1 lít.

#### **3.8.4 Dung dịch chuẩn gốc kali**

Hòa tan 1,9067 g kali clorua (KCl) trong nước và pha loãng bằng nước đến 1 lít.

#### **3.8.5 Dung dịch chuẩn gốc magie**

Hòa tan 1,000 g magie (Mg) trong 50 ml dung dịch axit clohydric 1 M (3.7) và pha loãng bằng nước đến 1 lít.

#### **3.8.6 Dung dịch chuẩn gốc mangan**

Hòa tan 1,000 g mangan (Mn) trong 10 ml axit clohydric (3.5) cùng với 1 ml axit nitric (3.3) và pha loãng bằng nước đến 1 lít.

#### **3.8.7 Dung dịch chuẩn gốc natri**

Hòa tan 2,5421 g natri clorua (NaCl) trong nước và pha loãng bằng nước đến 1 lít.

### 3.8.8 Dung dịch chuẩn gốc phospho

Hòa tan 4,263 g amoni hydrophosphat  $[(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4]$  trong nước và pha loãng bằng nước đến 1 lít.

### 3.8.9 Dung dịch chuẩn gốc kẽm

Hòa tan 1,000 g kẽm (Zn) trong 10 ml axit clohydric (3.5) và pha loãng bằng nước đến 1 lít.

Có thể sử dụng các chất chuẩn đã được chứng nhận có bán sẵn trên thị trường thay cho các nguyên tố trên.

### 3.9 Dung dịch chuẩn hiệu chuẩn

Sử dụng các dung dịch chuẩn gốc (3.8) để chuẩn bị các dung dịch chuẩn hiệu chuẩn tương ứng, có nồng độ canxi, kali, natri 200  $\mu\text{g/ml}$ , nồng độ phospho 100  $\mu\text{g/ml}$ , nồng độ sắt 10  $\mu\text{g/ml}$  và nồng độ đồng, mangan, magie, kẽm 5  $\mu\text{g/ml}$  (xem Bảng 1).

Sử dụng axit perchloric để chuẩn bị sao cho tất cả các dung dịch chuẩn hiệu chuẩn có nồng độ axit perchloric 20 %, xấp xỉ nồng độ axit perchloric có trong mẫu thử đã phân hủy và pha loãng.

## 4 Thiết bị, dụng cụ

Dụng cụ thủy tinh phải được ngâm qua đêm trong axit nitric 10 % (3.4) và rửa kỹ với nước.

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

**4.1 Máy đo phổ phát xạ plasma cảm ứng cao tần (ICP-ES),** kiểu 975 Plasma Atom Com<sup>2)</sup> hoặc loại tương đương, có thể xác định tuần tự hoặc đồng thời Ca, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, P và Zn.

Bơm nhu động Minipuls 2<sup>3)</sup> hoặc tương đương được sử dụng để dẫn vào ống phun sương dòng chéo bằng thủy tinh.

Các thông số vận hành khuyến cáo như sau:

- thời gian làm nóng: 30 min;
- thời gian tiếp xúc: 5 s;
- chu kỳ tích hợp: 1 chu kỳ (2 lần tiếp xúc trực tiếp, 1 lần tiếp xúc gián tiếp);

<sup>2)</sup> Jarrell-Ash Corp., 27 Forge Pkwy, PO Box 9101, Franklin, MA 02038-9101, USA là ví dụ về nhà cung cấp sản phẩm trên thị trường. Thông tin này đưa ra tạo thuận tiện cho người sử dụng tiêu chuẩn và không ấn định phải sử dụng chúng. Có thể sử dụng các sản phẩm tương tự nếu cho kết quả tương đương.

<sup>3)</sup> Gilson Medical Electronics, PO Box 27, 3000 W Beltline Highway, Middleton, WI 53562, USA là ví dụ về nhà cung cấp sản phẩm trên thị trường. Thông tin này đưa ra tạo thuận tiện cho người sử dụng tiêu chuẩn và không ấn định phải sử dụng chúng. Có thể sử dụng các sản phẩm tương tự nếu cho kết quả tương đương.

## TCVN 10641:2014

- công suất trực tiếp: 1,1 KW;
- công suất phản xạ: < 5 W;
- tốc độ hút mẫu: 0,8 ml/min;
- độ sâu hút mẫu: 16 mm trên ống nạp (được tối ưu hóa đối với Mn);
- bước sóng: xem Bảng 1.

4.2 Bộ gia nhiệt, kiểm soát được nhiệt độ và lọc hơi axit, Labconno 60301<sup>4)</sup> hoặc loại tương đương.

4.3 Máy lắc cơ học.

4.4 Bình Kjeldahl, dung tích 100 ml.

4.5 Viên bi thủy tinh trợ sôi.

4.6 Bể nước đá.

4.7 Bình định mức, dung tích 50 ml, 1 lít.

4.8 Cân phân tích, có thể cân chính xác đến 1 mg.

## 5 Cách tiến hành

### 5.1 Phân hủy mẫu

Dùng máy lắc (4.3), lắc mạnh vật chứa mẫu để thu được mẫu đồng nhất. Chuyển 15,0 ml mẫu pha sẵn (10,0 ml nếu mẫu ở dạng đặc, 1,5 g nếu mẫu ở dạng bột) vào bình Kjeldahl (4.4). Thêm 30 ml hỗn hợp axit nitric (3.3) và axit perchloric (3.1) ( $\text{HNO}_3\text{-HClO}_4$ , tỉ lệ thể tích 2 : 1) vào bình cùng với 3 hoặc 4 viên bi thủy tinh trợ sôi (4.5), để mẫu qua đêm. Thực hiện hai phép thử trắng thuốc thử theo cùng quy trình thực hiện với phần mẫu thử.

Trước khi bắt đầu phân hủy mẫu, chuẩn bị bể nước đá (4.6) thích hợp để làm nguội bình Kjeldahl. Đặt từng bình Kjeldahl trên bộ gia nhiệt (4.2) ở nhiệt độ thấp để bắt đầu phân hủy. Mỗi khi dung dịch trong bình Kjeldahl bắt đầu sôi, khói màu cam-đỏ của nitơ dioxit ( $\text{NO}_2$ ) bốc lên. Tiếp tục gia nhiệt nhẹ cho đến khi axit nitric và nước bay ra hết và mẫu được giữ trong axit perchloric, ở thời điểm này xuất hiện phản ứng sủi bong bóng giữa mẫu và axit perchloric. Để bình trên bộ gia nhiệt nguội và thỉnh thoảng gia nhiệt để tiếp tục phân hủy. Điều quan trọng là phản ứng giữa mẫu thử và axit perchloric không được quá

<sup>4)</sup> Labconno 60301 của Labconno, 8811 Prospect, Kansas City, MO 64132, USA là ví dụ về sản phẩm thương mại có bán trên thị trường. Thông tin này đưa ra tạo thuận tiện cho người sử dụng tiêu chuẩn và không ấn định phải sử dụng chúng. Có thể sử dụng các sản phẩm tương tự nếu cho kết quả tương đương.

nhanh, vì sẽ xảy ra cháy. Nếu mẫu thử cháy, đặt ngay bình Kjeldahl vào bể nước đá (4.6) để dừng phản ứng. Thêm 1 ml axit nitric (3.3) và gia nhiệt nhẹ.

Sau khi kết thúc phản ứng của phần mẫu thử với axit perchloric (xác định qua việc ngừng phản ứng sủi bọt giữa mẫu thử và axit perchloric), tăng nhiệt độ lên cao trong khoảng 2 min. Tránh đun mẫu thử đến khô vì có thể gây nổ. Lấy bình Kjeldahl ra khỏi bộ gia nhiệt và để nguội.

Chuyển từng phần mẫu thử đã phân hủy vào bình định mức dung tích 50 ml (4.7) và pha loãng bằng nước đến vạch. Sau khi pha loãng, có thể xuất hiện một ít kết tủa (đặc biệt là với mẫu thử có hàm lượng muối cao). Kết tủa được hòa tan nếu lắc và được để qua đêm. Hàm lượng axit perchloric trong phần mẫu thử khoảng 20 %.

## 5.2 Hiệu chuẩn

Hiệu chuẩn máy đo phổ phát xạ ICP (4.1), sử dụng các dung dịch chuẩn hiệu chuẩn (3.9) theo Bảng 1. Các dung dịch chuẩn hiệu chuẩn này có thể được sử dụng làm các dung dịch chuẩn đơn lẻ (nghĩa là một dung dịch chuẩn cho một nguyên tố) hoặc hỗn hợp dung dịch chuẩn chứa hai hoặc nhiều hơn hai nguyên tố. Các dung dịch chuẩn đơn lẻ hay hỗn hợp các dung dịch chuẩn được sử dụng để hiệu chuẩn phụ thuộc vào các yêu cầu của phần mềm máy tính của hệ thống ICP.

**Bảng 1 – Các thông số hoạt động đối với máy đo phổ phát xạ ICP**

Nguyên tố	Bước sóng, nm	Hiệu chỉnh nền <sup>a</sup>	Dung dịch chuẩn hiệu chuẩn (3.9), µg/ml	
			Thấp	Cao
Ca	317,9	N	0	200
Cu	324,7	H	0	5
Fe	259,9	N	0	10
K	766,5	N	0	200
Mg	383,2	N	0	5
Mn	257,6	N	0	5
Na	589,0	N	0	200
P	214,9	N	0	100
Zn	213,8	H	0	5

<sup>a</sup> H: nâng cao; N: không hiệu chỉnh.

### 5.3 Phép xác định

Sau khi kết thúc hiệu chuẩn thiết bị (xem 5.2) thì phân tích các mẫu thử, khuyến cáo sử dụng các thông số theo 4.1 và Bảng 1, để có nồng độ từng nguyên tố trong mỗi dung dịch thử đã pha loãng, biểu thị theo microgam trên mililit.

Cứ sau mười mẫu phân tích, cần kiểm tra hiệu chuẩn thiết bị bằng cách phân tích các dung dịch chuẩn hiệu chuẩn. Nếu phân tích lại các dung dịch chuẩn hiệu chuẩn cho thấy thiết bị chệch ra ngoài dải hiệu chuẩn (> 3 % các giá trị gốc), thì các thiết bị phải được hiệu chuẩn lại.

## 6 Tính kết quả

Tính hàm lượng các nguyên tố cần phân tích trong mẫu thử,  $X$ , biểu thị bằng microgam trên mililit (đối với mẫu thử dạng lỏng hoặc dạng đặc) hoặc biểu thị bằng microgam trên gam (đối với mẫu thử dạng bột), theo công thức sau:

$$X = A \times \frac{V}{B}$$

Trong đó:

- $A$  là nồng độ của nguyên tố được xác định bằng ICP (xem 5.3), tính bằng microgam trên mililit ( $\mu\text{g/ml}$ );
- $B$  là thể tích (đối với mẫu thử dạng lỏng hoặc dạng đặc) hoặc khối lượng (đối với mẫu thử dạng bột) của phần mẫu thử, tính bằng mililit (ml) hoặc gam (g);
- $V$  là thể tích của dung dịch thử đã pha loãng, tính bằng mililit (trong trường hợp này,  $V = 50$  ml).

## 7 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải nêu rõ:

- 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 thử nghiệm thu được;
- e) mọi điều kiện thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này hoặc tùy chọn, cùng với mọi tình huống bất thường có thể ảnh hưởng đến kết quả.