

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 9516:2012

Xuất bản lần 1

**THỰC PHẨM – XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG PHOSPHO –
PHƯƠNG PHÁP ĐO QUANG PHỔ**

*Foodstuffs – Determination of phosphorus content –
Spectrophotometric method*

HÀ NỘI – 2012

Lời nói đầu

TCVN 9516:2012 được xây dựng dựa trên cơ sở AOAC 986.24 *Phosphorus in infant formula and enteral products. Spectrophotometric method*,

TCVN 9516:2012 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 đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Thực phẩm – Xác định hàm lượng phospho – Phương pháp đo quang phổ

*Foodstuffs – Determination of phosphorus content –
Spectrophotometric method*

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng phospho có trong thực phẩm bằng đo quang phổ.

Phương pháp này đã được đánh giá xác nhận trên các mẫu thức ăn công thức dành cho trẻ sơ sinh và các sản phẩm hỗ trợ tiêu hóa. Để có thêm thông tin về các dữ liệu đã được đánh giá xác nhận ở trên, xem Phụ lục A.

2 Nguyên tắc

Phospho trong phần mẫu thử đã tro hóa được xác định bằng đo quang phổ sau khi tạo phức với thuốc thử molybdovanadat.

3 Thuốc thử

Chỉ sử dụng thuốc thử loại tinh khiết phân tích và chỉ sử dụng nước đã loại khoáng, trừ khi có quy định khác.

3.1 Dung dịch axit clohydric (HCl), 1 : 3 (phần thể tích)

Thêm 250 ml HCl đặc (nồng độ từ 36,5 % đến 38 %) vào 750 ml nước.

3.2 Thuốc thử molybdovanadat

Hòa tan 20 g amoni molybdat trong 200 ml nước nóng rồi làm nguội.

TCVN 9516:2012

Hòa tan 1,0 g amoni metavanadat trong 125 ml nước nóng, làm nguội rồi thêm 160 ml HCl đặc (nồng độ từ 36,5 % đến 38 %).

Thêm từng lượng dung dịch molybdat vào dung dịch vanadat trong khi vẫn khuấy, sau đó pha loãng bằng nước đến 1 lít.

3.3 Dung dịch chuẩn phospho

3.3.1 Dung dịch chuẩn gốc, nồng độ phospho 2 mg/l

Cân 8,7874 g kali dihydro phosphat (KH_2PO_4), đã sấy 2 h ở nhiệt độ 105 °C. Chuyển định lượng kali dihydro phosphat vào bình định mức 1 lít và thêm khoảng 750 ml nước để hòa tan. Thêm nước đến vạch.

Bảo quản dung dịch đã pha trong tủ lạnh.

3.3.2 Dung dịch chuẩn làm việc, nồng độ phospho 0,1 mg/ml

Pha loãng 50 ml dung dịch chuẩn gốc (3.3.1) bằng nước trong bình định mức 1 lít. Thêm nước đến vạch.

Chuẩn bị dung dịch trong ngày sử dụng. Bảo quản dung dịch đã pha trong tủ lạnh.

3.4 Axit nitric, đặc (nồng độ từ 69 % đến 71 %).

4 Thiết bị, dụng cụ

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

4.1 Máy đo quang phổ, có thể hoạt động ở bước sóng 400 nm, được trang bị cuvet có chiều dài đường quang 1 cm.

4.2 Lò buồng, được trang bị nhiệt kế đo được nhiệt độ cao và bộ điều khiển.

4.3 Đĩa tro hóa, bằng thạch anh hoặc bằng sứ.

4.4 Cân phân tích, có thể cân chính xác đến 0,01 mg.

4.5 Bếp điện hoặc nồi cách thủy.

4.6 Bình định mức, dung tích 100 ml và 1 lít.

4.7 Pipet.

5 Lấy mẫu

Việc lấy mẫu không quy định trong tiêu chuẩn này.

Mẫu gửi đến phòng thử nghiệm phải là mẫu đại diện. Mẫu không được hư hỏng hoặc thay đổi trong suốt quá trình bảo quản và vận chuyển.

6 Cách tiến hành

6.1 Chuẩn bị mẫu thử

Cân chính xác một lượng mẫu thử dạng bột chứa khoảng 4,0 mg phospho (đối với mẫu thử dạng lỏng, cần lắc kỹ vật chứa mẫu thử trước khi cân), cho vào đĩa tro hóa (4.3). Cho phần mẫu thử bốc hơi đến khô trên bếp điện hoặc nồi cách thủy (4.5), sau đó nung trong lò buồng (4.2) ở nhiệt độ không lớn hơn 600 °C cho đến khi không còn cacbon (khoảng từ 3 h đến 4 h). Làm nguội và thêm vào 40 ml dung dịch axit clohydric (3.1), thêm vài giọt axit nitric (3.4) rồi đun đến sôi trên bếp điện. Để nguội, chuyển định lượng dung dịch thu được vào bình định mức 100 ml (4.6) và thêm nước đến vạch.

6.2 Dựng đường chuẩn

Chuyển các thể tích 0,0; 5,0; 8,0; 10,0 và 15,0 ml dung dịch chuẩn làm việc (3.3.2) vào các bình định mức 100 ml (4.6). Các bình định mức này chứa lượng phospho tương ứng 0,0; 0,5; 0,8; 1,0 và 1,5 mg.

Thêm 20,0 ml thuốc thử molybdovanadat (3.2) vào các bình định mức, thêm nước đến vạch và trộn đều. Để yên các bình trong 10 min để việc hiện màu xảy ra hoàn toàn, sau đó đo độ hấp thụ của các dung dịch chuẩn ở bước sóng 400 nm, dùng cuvet chiều dài đường quang 1 cm. Sử dụng dung dịch có hàm lượng phospho bằng 0 để chỉnh máy đo quang phổ về zero. Sử dụng hồi quy tuyến tính của độ hấp thụ đối với chất chuẩn để tính nồng độ phospho của từng phần mẫu thử.

6.3 Phép xác định

Dùng pipet (4.7) lấy 20,0 ml dung dịch thử (6.1) cho vào bình định mức 100 ml (4.6).

Thêm 20,0 ml thuốc thử molybdovanadat (3.2) vào bình định mức, thêm nước đến vạch và trộn đều. Để yên các bình trong 10 min để việc hiện màu xảy ra hoàn toàn, sau đó đo độ hấp thụ của dung dịch thử, dùng cuvet có chiều dài đường quang 1 cm.

Từ độ hấp thụ đo được, xác định khối lượng phospho trong dung dịch thử dựa trên đường chuẩn tuyến tính hoặc phương trình hồi quy tuyến tính (xem 6.2).

7 Tính kết quả

Hàm lượng phospho trong mẫu thử dạng bột, X , tính bằng miligam trên kilogam (mg/kg), theo công thức sau:

$$X = \frac{w_1}{w} \times \frac{V_2}{V_1} \times 1000$$

Hàm lượng phospho trong mẫu thử dạng lỏng, X , tính bằng miligam trên lít (mg/l), theo công thức sau:

$$X = \frac{w_1}{w} \times d \times \frac{V_2}{V_1} \times 1000$$

Trong đó:

w_1 là khối lượng phospho trong dung dịch thử (xem 6.3), tính bằng miligam (mg);

w là khối lượng của phần mẫu thử, tính bằng gam (g);

V_1 là thể tích dung dịch thử được lấy để đưa vào bình định mức 100 ml ($V_1 = 20,0$ ml);

V_2 là dung tích bình định mức ($V_2 = 100$ ml);

1000 là hệ số chuyển đổi từ gam sang kilogam hoặc từ mililit sang lít;

d là khối lượng riêng của mẫu thử dạng lỏng, tính bằng gam trên mililit (g/ml).

8 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải bao gồm các thông tin sau:

- mọi thông tin cần thiết về nhận biết đầy đủ về mẫu thử;
- phương pháp lấy mẫu đã sử dụng, nếu biết;
- phương pháp thử đã sử dụng, viện dẫn tiêu chuẩn này;
- mọi chi tiết thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này, hoặc tùy chọn, cùng với mọi tình huống bất thường khác có thể ảnh hưởng đến kết quả;
- kết quả thử nghiệm thu được.

Phụ lục A
(tham khảo)

Dữ liệu về kết quả thử nghiệm liên phòng

Kết quả thử nghiệm liên phòng từ 7 phòng thử nghiệm về hàm lượng phospho trong các mẫu thức ăn công thức dùng cho trẻ sơ sinh được nêu trong Bảng A.1.

Bảng A.1 – Dữ liệu thử nghiệm liên phòng

Mẫu	A	B	C	D	E
Giá trị trung bình (\bar{x}), $\mu\text{g/g}$	541	526	447	3 908	2 350
Độ lệch chuẩn lặp lại (s_r)		15,6		94	
Độ lệch chuẩn tương đối lặp lại (RSD_r) (%)		3,0		2,4	
Giới hạn lặp lại ($r = 2,8 \times s_r$)		43,7		263,2	
Độ lệch chuẩn tái lập (s_R)	18,8	19,3	49	133	739
Độ lệch chuẩn tương đối tái lập (RSD_R) (%)	3,5	3,7	11	3,4	31
Giới hạn tái lập ($R = 2,8 \times s_R$)	52,6	54,0	137,2	372,4	2 069,2

CHÚ THÍCH:

- A là sản phẩm Enteral 7
- B là đậu nành ăn liền
- C là đậu nành ăn liền
- D là bột đậu nành
- E là bột whey.

Thư mục tài liệu tham khảo

[1] J. AOAC Vol. **69**, 777(1986).

[2] J. AOAC Vol. **80**, 834(1997).
