

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

**TCVN 8900-1:2012; TCVN 8900-2:2012;
TCVN 8900-3:2012; TCVN 8900-4:2012;
TCVN 8900-5:2012; TCVN 8900-6:2012;
TCVN 8900-7:2012; TCVN 8900-8:2012;
TCVN 8900-9:2012; TCVN 8900-10:2012.**

Xuất bản lần 1

**TUYỂN TẬP
TIÊU CHUẨN QUỐC GIA VỀ PHỤ GIA THỰC PHẨM –
XÁC ĐỊNH CÁC THÀNH PHẦN VÔ CƠ**

HÀ NỘI – 2012

Mục lục**Trang**

- TCVN 8900-1:2012 Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 1: Hàm lượng nước (phương pháp chuẩn độ Karl Fischer). 5
- TCVN 8900-2:2012 Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 2: Hao hụt khối lượng khi sấy, hàm lượng tro, chất không tan trong nước và chất không tan trong axit. 11
- TCVN 8900-3:2012 Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 3: Hàm lượng nitơ (Phương pháp Kjeldahl). 19
- TCVN 8900-4:2012 Phụ gia thực phẩm. Xác định các thành phần vô cơ – Phần 4: Hàm lượng phosphat và phosphat mạch vòng. 25
- TCVN 8900-5:2012 Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 5: Các phép thử giới hạn. 35
- TCVN 8900-6:2012 Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 6: Định lượng antimon, bari, cadimi, crom, đồng, chì và kẽm bằng đo phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa. 53
- TCVN 8900-7:2012 Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 7: Định lượng antimon, bari, cadimi, crom, đồng, chì và kẽm bằng đo phổ phát xạ nguyên tử plasma cảm ứng cao tần (ICP-AES). 61
- TCVN 8900-8:2012 Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 8: Định lượng chì và cadimi bằng đo phổ hấp thụ nguyên tử dùng lò graphit. 67
- TCVN 8900-9:2012 Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 9: Định lượng asen và antimon bằng đo phổ hấp thụ nguyên tử hydrua hóa. 73
- TCVN 8900-10:2012 Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 10: Định lượng thủy ngân bằng đo phổ hấp thụ nguyên tử hóa hơi lạnh. 79

Lời nói đầu

TCVN 8900:2012 được xây dựng dựa trên cơ sở JECFA 2006, *Combined compendium of food additive specification, Volume 4: Analytical methods, test procedures and laboratory solutions used by and referenced in the food additive specifications.*

TCVN 8900:2012 do Cục An toàn vệ sinh thực phẩm tổ chức biên soạn, Bộ Y tế đề nghị, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Bộ tiêu chuẩn TCVN 8900, *Phụ gia thực phẩm – Xác định thành phần vô cơ* bao gồm các phần sau:

- TCVN 8900-1:2012, *Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 1: Hàm lượng nước (phương pháp chuẩn độ Karl Fischer);*
- TCVN 8900-2:2012, *Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 2: Hao hụt khối lượng khi sấy, hàm lượng tro, chất không tan trong nước và chất không tan trong axit;*
- TCVN 8900-3:2012, *Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 3: Hàm lượng nitơ (Phương pháp Kjeldahl);*
- TCVN 8900-4:2012, *Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 4: Hàm lượng phosphat và phosphat mạch vòng;*
- TCVN 8900-5:2012, *Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 5: Các phép thử giới hạn;*
- TCVN 8900-6:2012, *Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 6: Định lượng antimon, bari, cadimi, crom, đồng, chì và kẽm bằng đo phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa;*
- TCVN 8900-7:2012, *Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 7: Định lượng antimon, bari, cadimi, crom, đồng, chì và kẽm bằng đo phổ phát xạ nguyên tử plasma cảm ứng cao tần (ICP-AES);*
- TCVN 8900-8:2012, *Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 8: Định lượng chì và cadimi bằng đo phổ hấp thụ nguyên tử dùng lò graphit;*
- TCVN 8900-9:2012, *Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 9: Định lượng arsen và antimon bằng đo phổ hấp thụ nguyên tử hydrua hóa;*
- TCVN 8900-10:2012, *Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 10: Định lượng thủy ngân bằng đo phổ hấp thụ nguyên tử hóa hơi lạnh.*

Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 10: Định lượng thủy ngân bằng đo phổ hấp thụ nguyên tử hóa hơi lạnh

Food additives – Determination of inorganic components –

Part 10: Measurement of mercury by cold-vapour atomic absorption spectrometry

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng thủy ngân trong phụ gia thực phẩm bằng đo phổ hấp thụ nguyên tử hóa hơi lạnh (CV-AAS).

2 Nguyên tắc

Mẫu thử được phân hủy trong điều kiện kín bằng nhiệt hoặc bằng đun hồi lưu với axit sulfuric và axit nitric. Kết thúc quá trình oxy hóa bằng cách thêm dung dịch kali permanganat. Sau khi thêm các dung dịch hydroxylamin hydroclorua và thiếc (II) clorua, xác định hàm lượng thủy ngân bằng đo phổ hấp thụ nguyên tử hóa hơi lạnh.

CHÚ THÍCH: Có thể phân hủy mẫu trong lọ kín đặt trong lò vi sóng.

3 Thuốc thử

Trong tiêu chuẩn này chỉ sử dụng thuốc thử tinh khiết phân tích và sử dụng nước cất hai lần hoặc nước đã loại khoáng, trừ khi có quy định khác.

3.1 Dung dịch chuẩn thủy ngân, 0,02 µg/ml

Sử dụng dung dịch chuẩn bán sẵn trên thị trường (ví dụ, dung dịch có nồng độ thủy ngân 10 µg/ml), pha loãng dung dịch chuẩn gốc với hệ số pha loãng trong mỗi lần pha không vượt quá 20.

3.2 Dung dịch axit nitric, $d = 1,40$ g/ml.

3.3 Dung dịch axit sulfuric, $d = 1,84$ g/ml.

TCVN 8900-10:2012

3.4 Dung dịch axit sulfuric, 3,5 M.

3.5 Dung dịch kali permanganat, 50,0 g/l.

3.6 Dung dịch hydroxylamin hydroclorua, 100 g/l.

3.7 Dung dịch thiếc (II) clorua

Hòa tan 25,0 g thiếc (II) clorua ngậm hai phân tử nước ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) trong 50 ml dung dịch axit hydrocloric ($d = 1,18 \text{ g/ml}$), thêm nước đến 250 ml rồi sục khí nitơ qua dung dịch. Bảo quản dung dịch cùng một vài hạt thiếc kim loại.

3.8 Khí nitơ.

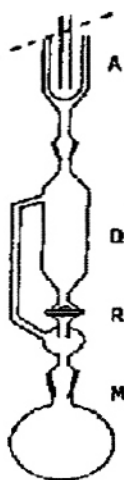
4 Thiết bị, dụng cụ

Mọi dụng cụ thủy tinh phải được làm sạch hoàn toàn bằng dung dịch axit nitric 10 %, sau đó rửa kĩ bằng nước trước khi sử dụng.

Trong tiêu chuẩn này sử dụng các thiết bị, dụng cụ của phòng thử nghiệm thông thường và cụ thể như sau:

4.1 Cân phân tích, có thể cân chính xác đến 0,1 mg.

4.2 Thiết bị vô cơ hóa, được nối với sinh hàn hồi lưu (xem Hình 1).



Hình 1 – Thiết bị vô cơ hóa

4.3 Bình hóa hơi thủy ngân, hình cầu, có nút thủy tinh mài gắn hai ống để dẫn hơi thủy ngân và có vạch hiệu chuẩn đánh dấu ở thể tích cần đo. Dung tích của bình hóa hơi và vị trí của vạch đánh dấu phụ thuộc vào thiết bị đo phổ hấp thụ nguyên tử được dùng. Rửa bình hóa hơi bằng hỗn hợp axit

chromic (hòa tan 4,0 g kali dicromat trong 300 ml dung dịch axit sulfuric 3,5 M và thêm nước đến 1 lít), sau đó rửa bằng nước máy và nước cất hai lần trước khi dùng.

CHÚ THÍCH: Có thể sử dụng bộ tạo hơi và vận hành theo hướng dẫn của nhà sản xuất.

4.4 Thiết bị hấp thụ hơi nước, có magie perchlorat.

4.5 Thiết bị đo phổ hấp thụ nguyên tử, thích hợp để định lượng hơi thủy ngân lạnh, có bộ xử lý dữ liệu hoặc máy ghi.

4.6 Pipet.

5 Lấy mẫu

Việc lấy mẫu không quy định trong tiêu chuẩn này.

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

6 Cách tiến hành

6.1 Chuẩn bị dung dịch mẫu thử

6.1.1 Phân hủy mẫu

Cân khoảng 0,5 g mẫu thử, chính xác đến 2 mg, chứa tổng cộng không quá 0,5 µg thủy ngân. Cho mẫu vào bình hứng (M) của thiết bị vô cơ hóa mẫu (4.2) và thêm vài viên bi thủy tinh. Nối bình hứng với bầu chứa dịch ngưng tụ (D) và đóng khóa (R).

Cho 25 ml dung dịch axit nitric (3.2) vào bầu chứa dịch ngưng tụ, sau đó thêm 10 ml dung dịch axit sulfuric (3.3). Lắp hệ thống và mở sinh hàn (A). Mở khóa cẩn thận và để một phần hỗn hợp axit chảy vào bình hứng. Cho ngưng chảy axit nếu phản ứng xảy ra quá mạnh.

Chuyển toàn bộ dịch ngưng tụ trong bầu chứa vào bình hứng, trộn đều lượng chứa trong bình bằng cách lắc nhẹ bình, để khóa mở.

Thận trọng đun nhẹ bình hứng. Ngay khi dung dịch ngưng sủi bọt, đóng khóa (R) rồi tiếp tục đun và thu dịch ngưng tụ vào trong bầu chứa.

Ngưng đun khi lượng chứa trong bình hứng bắt đầu hóa than. Để một lượng nhỏ dịch ngưng tụ chảy lại vào bình hứng, đóng khóa lại rồi đun lại bình. Lặp lại quy trình cho đến khi lượng chứa trong bình còn hóa than khi được đun nóng.

TCVN 8900-10:2012

Khi đã hết hiện tượng than hóa, đun nóng và thêm ngay dịch ngưng khi xuất hiện khói trắng. Tiếp tục luân phiên đun và thêm dịch ngưng trong 1 h. Cuối cùng, đun nóng hỗn hợp trong bình đến khi có khói trắng bốc lên.

Ngưng đun và để nguội xuống đến khoảng 40 °C. Mở khóa và cho toàn bộ dịch ngưng chảy vào bình hứng. Rửa sinh hàn bằng khoảng 5 ml đến 10 ml nước, thu nước rửa vào bình hứng rồi tháo bình hứng khỏi bầu chứa (D).

6.1.2 Xử lý dung dịch

Vừa lắc vừa thêm từng giọt dung dịch kali permanganat (3.5) vào bình hứng cho đến khi có được màu hồng bền. Ghi lại thể tích dung dịch permanganat đã dùng. (Nếu thể tích này lớn hơn 10 ml thì lặp lại quy trình tro hóa theo 6.1.1).

Đun nhẹ đến sôi rồi để nguội.

Chuyển toàn bộ lượng chứa trong bình hứng vào bình hóa hơi thủy ngân (4.3), rửa bình hứng bằng nước và đưa dịch rửa vào bình hóa hơi.

Xác định hàm lượng thủy ngân của dung dịch mẫu thử theo 6.2 ngay trong ngày xử lý dung dịch.

6.2 Xác định

6.2.1 Phương pháp thông thường

Cho 5 ml dung dịch hydroxylamin hydroclorua (3.6) vào bình hóa hơi thủy ngân chứa dung dịch mẫu thử (xem 6.1.2) rồi thêm nước đến vạch.

Thêm vào bình hóa hơi thủy ngân 5 ml dung dịch thiếc (II) clorua (3.7). Lắp bình hóa hơi, nối với thiết bị hấp thụ hơi nước (4.4) và với thiết bị đo phổ hấp thụ nguyên tử (4.5). Cho thiết bị đo phổ bắt đầu hoạt động.

Lắc nhẹ để trộn đều hỗn hợp trong bình hóa hơi thủy ngân, sục không khí hoặc khí nitơ (3.8) qua, đo độ hấp thụ và ghi kết quả. Thực hiện phép đo càng nhanh càng tốt sau khi đã thêm thiếc (II) clorua. Nếu sử dụng hệ thống mở, chờ 30 s trước khi sục không khí hoặc khí nitơ (3.8) qua.

6.2.2 Phương pháp thêm chuẩn

Có thể dùng phương pháp thêm chuẩn với hệ thống mở.

Cho một trong số các dung dịch chuẩn làm việc (3.2) vào bình hóa hơi thủy ngân (4.3) rồi thêm một lượng dung dịch mẫu thử đã qua xử lý (6.1.2). Lượng thủy ngân có trong bình phải nằm trong khoảng nồng độ tuyến tính của thiết bị đo phổ (4.5).

Xác định hàm lượng thủy ngân theo 6.2.1. Nếu cần, thực hiện vài lần phép định lượng với các dung dịch chuẩn làm việc có nồng độ khác nhau.

6.3 Mẫu trắng

Thực hiện tất cả các bước từ tro hóa (xem 6.1.1) đến đo độ hấp thụ (6.2.1 hoặc 6.2.2), chỉ khác là không có mẫu thử. Khi xử lý dung dịch (xem 6.1.2), thêm một thể tích dung dịch kali permanganat (3.5) bằng với lượng đã dùng cho mẫu thử.

6.4 Dụng cụ chuẩn

Cho lần lượt 2; 5; 10; 15 và 25 ml dung dịch chuẩn thủy ngân (3.1) vào 5 bình hóa hơi thủy ngân (4.3) riêng biệt, và 25 ml dung dịch axit sulfuric 3,5 M (3.4) vào bình hóa hơi thủy ngân thứ 6. Vừa lắc vừa thêm từng giọt dung dịch kali permanganat (3.5) vào mỗi bình hóa hơi thủy ngân đến khi dung dịch có màu bền.

Cho 5 ml dung dịch hydroxylamin hydroclorua (3.6) vào bình hóa hơi thủy ngân nêu trên rồi thêm dung dịch axit sulfuric 3,5 M (3.4) đến vạch. Các dung dịch chuẩn làm việc chứa lần lượt 0; 0,04; 0,10; 0,20; 0,30 và 0,50 μg thủy ngân.

Thực hiện tiếp theo đoạn thứ 2 và đoạn thứ 3 của 6.2.1.

Dụng cụ chuẩn với trục tung là giá trị độ hấp thụ đo được và trục hoành là hàm lượng thủy ngân tương ứng, tính theo microgam (μg).

7 Tính kết quả

Hàm lượng thủy ngân trong mẫu thử, X, được tính theo miligam trên kilogram (mg/kg) theo công thức sau:

$$X = \frac{w_1}{w}$$

Trong đó:

w_1 là khối lượng thủy ngân có trong mẫu thử xác định được từ đường chuẩn (xem 6.4) (đã trừ đi lượng xác định được trong mẫu trắng), tính bằng microgam (μg);

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

8 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ:

a) phương pháp lấy mẫu đã sử dụng, nếu biết:

TCVN 8900-10:2012

- b) phương pháp thử đã dùng (viện dẫn tiêu chuẩn này);
 - c) kết quả thử nghiệm thu được;
 - d) mọi chi tiết thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này, hoặc tùy chọn cùng với các chi tiết bất thường khác có thể ảnh hưởng đến kết quả;
 - e) mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu thử.
-