

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 8900-7 : 2012

Xuất bản lần 1

**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)**

Food additives. Determination of inorganic components -

*Part 7: Measurement of antimony, barium, cadmium, chromium, copper, lead and zinc
by inductive coupled plasma atomic emission spectrometric method (ICP-AES)*

HÀ NỘI - 2012

Lời nói đầu

TCVN 8900-7:2012 được xây dựng trên cơ sở JECFA 2006, *Combined compendium of food additive specifications, Volume 4: Analytical methods, test procedures and laboratory solutions used by and referenced in the food additive specifications*;

TCVN 8900-7:2012 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 các thành phần vô cơ* 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 asen và antimon bằng đo phổ hấp thụ nguyên tử hydro 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 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)**

Food additives – Determination of inorganic components –

Part 7: Measurement of antimony, barium, cadmium, chromium, copper, lead and zinc by inductive coupled plasma atomic emission spectrometric method (ICP-AES)

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng antimon, bari, cadimi, crom, đồng, chì và kẽm trong phụ gia thực phẩm bằng đo phổ phát xạ nguyên tử plasma cảm ứng cao tần (ICP-AES).

CHÚ THÍCH 1: Các nguyên tố bari, cadimi, crom, đồng, chì và kẽm trong dung dịch có thể được xác định bằng phương pháp đo phổ hấp thụ nguyên tử (AAS) ngọn lửa (xem TCVN 8900-8:2012). Chì và cadimi cũng có thể được xác định bằng phương pháp AAS dùng lò graphit (xem TCVN 8900-8:2012). Việc lựa chọn phương pháp phụ thuộc vào nồng độ chất cần phân tích trong dung dịch mẫu thử.

CHÚ THÍCH 2: Antimon có thể được xác định bằng phương pháp AAS thủy hóa (xem TCVN 8900-9:2012) hoặc phương pháp AAS ngọn lửa thông thường (xem TCVN 8900-8:2012).

2 Nguyên tắc

Mẫu thử được hoà tan trong hỗn hợp gồm axit sulfuric và axit clohydric hoặc được vô cơ hoá trong hỗn hợp gồm axit sulfuric, axit nitric và có thể có axit perchloric. Xác định các nguyên tố trong dung dịch mẫu thử bằng phương pháp ICP với bước sóng phát xạ và các điều kiện vận hành thiết bị thích hợp.

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 trung gian

Sử dụng các dung dịch chuẩn gốc bán sẵn trên thị trường, pha loãng bằng dung dịch axit nitric 1 % để thu được các dung dịch chuẩn trung gian sau:

TCVN 8900-7:2012

- a) Dung dịch chuẩn trung gian antimon, 200 µg/ml;
- b) Dung dịch chuẩn trung gian bari, 200 µg/ml;
- c) Dung dịch chuẩn trung gian cadimi, 10 µg/ml;
- d) Dung dịch chuẩn trung gian crom, 50 µg/ml;
- e) Dung dịch chuẩn trung gian đồng, 50 µg/ml;
- f) Dung dịch chuẩn trung gian chì, 100 µg/ml;
- g) Dung dịch chuẩn trung gian kẽm, 10 µg/ml.

3.2 Dung dịch chuẩn làm việc

Dùng pipet lấy chính xác 0; 1; 2; 3; 4 và 5 ml các dung dịch chuẩn trung gian (3.1) vào một dây bình định mức 100 ml (4.4) rồi thêm nước đến khoảng 50 ml. Thêm 8 ml axit sulfuric đậm đặc (3.8) và 10 ml axit clohydric đậm đặc (3.3). Thêm 0,191 g kali clorua (3.12) vào dung dịch chuẩn trung gian bari và lắc để hòa tan. Thêm nước đến vạch và trộn.

Các dung dịch chuẩn làm việc có nồng độ như sau:

- a) Dung dịch chuẩn làm việc antimon, 0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 và 10,0 µg/ml;
- b) Dung dịch chuẩn làm việc bari, 0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 và 10,0 µg/ml;
- c) Dung dịch chuẩn làm việc cadimi, 0; 0,1; 0,2; 0,3; 0,4 và 0,5 µg/ml;
- d) Dung dịch chuẩn làm việc crom, 0; 0,50; 1,0; 1,5; 2,0 và 2,5 µg/ml;
- e) Dung dịch chuẩn làm việc đồng, 0; 0,50; 1,0; 1,5; 2,0 và 2,5 µg/ml;
- f) Dung dịch chuẩn làm việc chì, 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 và 5,0 µg/ml;
- g) Dung dịch chuẩn làm việc kẽm, 0; 0,1; 0,2; 0,3; 0,4 và 0,5 µg/ml.

CHÚ THÍCH: Nồng độ của các dung dịch chuẩn làm việc nêu trên có thể thay đổi phụ thuộc vào kiểu vận hành của đèn trong thiết bị ICP (kiểu theo trục hoặc kiểu theo bán kính). Có thể chuẩn bị các dung dịch chuẩn làm việc thích hợp theo hướng dẫn của nhà sản xuất.

3.3 Dung dịch axit clohydric, 37 %.

3.4 Dung dịch axit clohydric, 10 %.

3.5 Dung dịch axit clohydric, 5 N.

3.6 Dung dịch axit nitric, 70 %.

3.7 Dung dịch axit nitric, 10 %.

3.8 Dung dịch axit sulfuric, 98 %.

3.9 Dung dịch axit sulfuric, từ 94,5 % đến 95,5 %.

3.10 Dung dịch axit sulfuric, 10 %.

3.11 Dung dịch axit perchloric, 70 %.

CẢNH BÁO: Phải cẩn thận khi xử lý với axit perchloric. Mọi thao tác phải được thực hiện trong tủ hút khói.

3.12 Kali clorua.

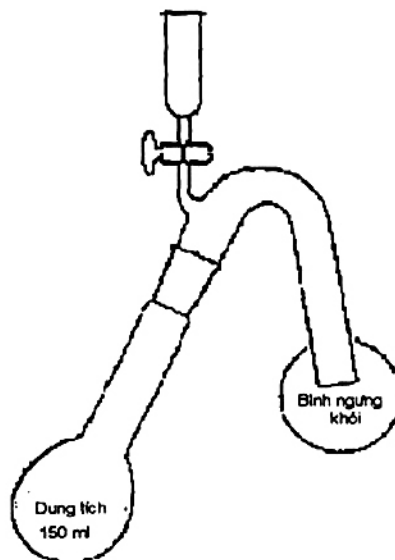
4 Thiết bị, dụng cụ

Mọi dụng cụ thử phải được làm sạch hoàn toàn bằng hỗn hợp axit loãng nóng [axit clohydric (3.4) : axit nitric đặc (3.6) : nước = 1 : 1 : 3], sau đó rửa sạch bằng nước ngay 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 Bình Kjeldahl, làm bằng thạch anh hoặc thủy tinh bosilicat, dung tích danh định từ 100 ml đến 150 ml, được lắp thêm ở cổ một khớp nối mài 24 như Hình 1. Phần cổ bình được nối vào bình ngưng khô và có phễu cùng với khoá qua đó có thể đưa thuốc thử vào bình.



Hình 1 – Bình Kjeldahl cải tiến (kiểu hờ)

4.3 Thiết bị ICP-AES, có thể hoạt động ở bước sóng phát xạ và sử dụng loại plasma thích hợp với từng nguyên tố.

4.4 Bình định mức, dung tích 50 ml và 100 ml.

4.5 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 Mẫu thử hoà tan được trong axit loãng hoặc hỗn hợp của các axit loãng

Cân khoảng 2,5 g mẫu, chính xác đến 0,1 mg và hoà tan trong hỗn hợp gồm 4 ml dung dịch axit sulfuric 10 % (3.10) và 5 ml dung dịch axit clohydric 10 % (3.4). Chuyển dung dịch thu được vào bình định mức 50 ml (4.4). Trong trường hợp xác định bari, thêm 0,095 4 g kali clorua (3.12). Thêm nước đến vạch.

6.1.2 Mẫu thử không hoà tan được trong axit loãng hoặc hỗn hợp của các axit loãng

Cân khoảng 2,5 g mẫu, chính xác đến 0,1 mg, đưa vào bình Kjeldahl dung tích từ 100 ml đến 150 ml (4.2) và thêm 5 ml dung dịch axit nitric 10 % (3.7). Ngay khi phản ứng ban đầu lắng xuống, đun nhẹ cho đến khi các phản ứng mạnh hơn tiếp theo dừng lại và sau đó để nguội. Cho từ từ 4 ml axit sulfuric nồng độ từ 94,5 % đến 95,5 % (3.9) với tốc độ không gây sủi bọt nhiều khi đun (thường cần từ 5 min đến 10 min) và sau đó đun nóng cho đến khi chất lỏng sẫm màu rõ rệt, nghĩa là bắt đầu hoá than.

Thêm từ từ axit nitric đậm đặc (3.6) với từng lượng nhỏ, đun nóng giữa các lần thêm cho đến khi dung dịch sẫm màu lại. Không đun quá mạnh để quá trình than hoá không xảy ra quá mức, cần có một lượng nhỏ nhưng không quá dư axit nitric tự do có mặt trong suốt quá trình. Tiếp tục việc xử lý này đến khi dung dịch chỉ còn màu vàng nhạt và không sẫm lại khi đun thêm. Nếu dung dịch vẫn còn có màu, thêm 0,5 ml dung dịch axit perchloric đậm đặc (3.11) và một ít axit nitric đậm đặc (3.6), đun nóng khoảng 15 min, sau đó thêm 0,5 ml dung dịch axit perchloric (3.11) và đun thêm vài phút nữa. Ghi lại tổng lượng axit nitric đậm đặc đã sử dụng.

Để nguội dung dịch và pha loãng bằng 10 ml nước. Dung dịch này phải hoàn toàn không màu (nếu có

nhiều sắt, dung dịch có thể có màu vàng nhẹ). Đun sôi nhẹ, chú ý không để tràn ra ngoài, đến khi xuất hiện khói trắng. Để nguội, thêm 5 ml nước và lại đun sôi nhẹ đến khi bốc khói. Cuối cùng để nguội, thêm 10 ml axit clohydric 5 N (3.5) vào và đun sôi nhẹ ít phút. Để nguội và chuyển dung dịch vào bình định mức 50 ml (4.4). Rửa sạch bình Kjeldahl bằng một lượng nước nhỏ, cho nước rửa vào bình định mức nêu trên. Trong trường hợp xác định bari, thêm 0,095 4 g kali clorua (3.12), sau đó thêm nước đến vạch và trộn.

6.2 Dung dịch mẫu trắng

Chuẩn bị dung dịch mẫu trắng tương ứng với dung dịch mẫu thử (6.1.1 hoặc 6.1.2).

6.3 Điều kiện vận hành thiết bị

Chọn bước sóng phát xạ của thiết bị ICP (4.3) thích hợp với từng nguyên tố cần xác định.

Các thông số vận hành phụ thuộc vào loại thiết bị và một vài thông số nhất định cần phải tối ưu hóa khi sử dụng để có được kết quả tốt nhất. Do đó, cần điều chỉnh thiết bị theo hướng dẫn sử dụng của nhà sản xuất thiết bị.

6.4 Dựng đường chuẩn

Chỉnh thiết bị ICP (4.3) theo hướng dẫn sử dụng. Tiến hành đo phổ phát xạ nguyên tử của dung dịch mẫu trắng (xem 6.2) và chỉnh thiết bị về zero.

Tiến hành đo phổ phát xạ nguyên tử của dung dịch chuẩn làm việc (3.2) và dựng đường chuẩn biểu diễn cường độ phát xạ theo nồng độ của từng nguyên tố trong các dung dịch chuẩn làm việc.

6.5 Xác định

Tiến hành đo phổ phát xạ nguyên tử của dung dịch mẫu thử (xem 6.1) so với dung dịch mẫu trắng tương ứng. Nếu nồng độ của nguyên tố trong dung dịch vượt ra ngoài thang chuẩn thì pha loãng dung dịch và đo lại cường độ phát xạ.

Xác định nồng độ của mỗi nguyên tố trong dung dịch mẫu thử dựa trên đường chuẩn (6.4) của nguyên tố đó.

7 Tính kết quả

Hàm lượng của mỗi nguyên tố trong mẫu thử, X_i , được tính theo miligam trên kilogam (mg/kg) theo công thức sau:

$$X_i = \frac{C_i \times V}{w}$$

TCVN 8900-7:2012

Trong đó:

- C_i là nồng độ của nguyên tố trong dung dịch mẫu thử, xác định được từ đường chuẩn (6.4), tính bằng microgam trên mililit ($\mu\text{g/ml}$);
- V là thể tích của bình định mức khi chuẩn bị dung dịch mẫu thử (xem 6.1), tính bằng mililit (ml). Trong trường hợp này, $V = 50 \text{ ml}$;
- 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;
 - 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.
-