

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 8900-6 : 2012

Xuất bản lần 1

**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**

Food additives. Determination of inorganic components -

*Part 6: Measurement of antimony, barium, cadmium, chromium, copper, lead and zinc
by flame atomic absorption spectrometry*

HÀ NỘI - 2012

Lời nói đầu

TCVN 8900-6:2012 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 8900-6:2012 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 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 6: Định lượng antimon, bari, cadimi, crom, đồng, chì và kẽm bằng đo phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa

Food additives – Determination of inorganic components –

Part 6: Measurement of antimony, barium, cadmium, chromium, copper, lead and zinc by flame atomic absorption spectrometry

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 hấp thụ nguyên tử ngọn lửa (FAAS).

CHÚ THÍCH 1: Các nguyên tố bari, cadimi, crom, đồng, chì và kẽm trong dung dịch có thể được xác định bằng phương pháp plasma cặp đôi cảm ứng (xem TCVN 8900-7:2012). Việc lựa chọn phương pháp đo phổ hấp thụ nguyên tử (AAS) ngọn lửa/dùng lò graphit hay phương pháp plasma cặp đôi cảm ứng (ICP) phụ thuộc vào nồng độ chất cần phân tích trong dung dịch mẫu thử đã chuẩn bị. Nồng độ chất cần phân tích càng thấp thì phương pháp dùng lò graphit có thể cho độ nhạy cao hơn phương pháp ngọn lửa.

CHÚ THÍCH 2: Antimon cũng có thể được xác định bằng phương pháp AAS hydrua hóa (xem TCVN 8900-9:2012) hoặc phương pháp ICP (xem TCVN 8900-7:2012). Đối với antimon, phương pháp AAS hydrua hóa nhạy hơn so với phương pháp FAAS thông thường.

CHÚ THÍCH 3: Đối với một số nguyên tố nhất định, phương pháp FAAS không đạt được giới hạn định lượng cần thiết. Ví dụ, có tiêu chuẩn yêu cầu giới hạn Pb là 1,0 mg/kg, khi cân tối đa 5,0 g mẫu thử, phân hủy mẫu và định mức đến 50 ml cũng chỉ thu được dung dịch có nồng độ là 0,1 µg/ml, do đó không thể xác định được bằng phương pháp FAAS. Trong những trường hợp này, có thể dùng phương pháp nguyên tử hóa dùng lò graphit.

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 thử bằng phương pháp FAAS thông thường ở bước sóng 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 Các dung dịch chuẩn

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

- a) Dung dịch chuẩn antimon, 200 $\mu\text{g/ml}$;
- b) Dung dịch chuẩn bari, 200 $\mu\text{g/ml}$;
- c) Dung dịch chuẩn cadimi, 10 $\mu\text{g/ml}$;
- d) Dung dịch chuẩn crom, 50 $\mu\text{g/ml}$;
- e) Dung dịch chuẩn đồng, 50 $\mu\text{g/ml}$;
- f) Dung dịch chuẩn chì, 100 $\mu\text{g/ml}$;
- g) Dung dịch chuẩn kẽm, 10 $\mu\text{g/ml}$.

3.2 Dung dịch axit clohydric, 37 %.

3.3 Dung dịch axit clohydric, 10 %.

3.4 Dung dịch axit clohydric, 5 N.

3.5 Dung dịch axit nitric, 70 %.

3.6 Dung dịch axit nitric, 10 %.

3.7 Dung dịch axit sulfuric, 98 %.

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

3.9 Dung dịch axit sulfuric, 10 %.

3.10 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.

3.11 Kali clorua.

3.12 Dinitơ oxit.

3.13 Khí axetylen.

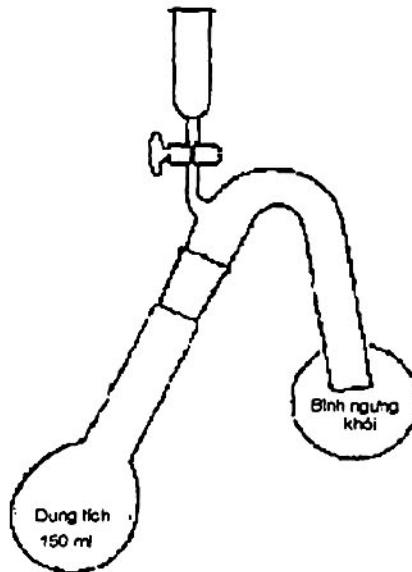
4 Thiết bị, dụng cụ

Mọi dụng cụ thử phải được làm sạch hoàn toàn bằng hỗn hợp axit loãng nóng (axit clohydric : axit nitric đặc : nước = 1 : 1 : 3), sau đó rửa sạch ngay 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 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 B24 như Hình 1. Phần nối thêm này được dùng để ngưng khí và có mang phễu có khoá qua đó có thể đưa thuốc thử vào bình.



Hình 1 – Bình Kjeldahl cải tiến (kiểu hồ)

4.3 Thiết bị đo phổ hấp thụ nguyên tử, có thể hoạt động ở bước sóng từ 180 nm đến 600 nm.

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

4.5 Pipet.

5 Lấy mẫu

Việc lấy mẫu không được 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 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 % (3.9) và 5 ml dung dịch axit clohydric 10 % (3.3). 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 (3.11). Thêm nước đến vạch và trộn.

Chuẩn bị một mẫu trắng với cùng lượng thuốc thử như đã dùng khi chuẩn bị dung dịch thử.

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, cho vào bình Kjeldahl dung tích từ 100 ml đến 150 ml (4.2) và thêm 5 ml dung dịch axit nitric 10 % (3.6). Ngay khi phản ứng ban đầu lắng xuống, đun nhẹ cho đến khi các phản ứng mạnh hơn tiếp theo dừng và sau đó để nguội. Cho từ từ 4 ml axit sulfuric nồng độ từ 94,5 % đến 95,5 % (3.8) 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 (3.5) 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 (3.10) và một ít axit nitric đậm đặc (3.5), đun nóng khoảng 15 min, sau đó thêm 0,5 ml dung dịch axit perchloric (3.10) và đun thêm vài phút nữa. Ghi lại tổng lượng axit nitric đậm đặc đã sử dụng.

Để cho dung dịch nguội rồi pha loãng với 10 ml nước. Dung dịch này cần phải hoàn toàn không có màu (nếu có nhiều sắt, dung dịch có thể có màu vàng nhẹ). Đun sôi nhẹ đến khi xuất hiện khói trắng, chú ý tránh trào ra ngoài. Để nguội, thêm 5 ml nước nữa và đun sôi nhẹ đến khi bốc khói. Cuối cùng để nguội, thêm 10 ml axit clohydric 5 N (3.4) và đun sôi nhẹ vài phút. Để nguội và chuyển dung dịch vào bình định mức 50 ml (4.4). Rửa sạch bình Kjeldahl bằng các lượng nhỏ nước, cho nước rửa này

vào bình định mức nói trên. Trong trường hợp xác định bari, thêm 0,095 4 g kali clorua (3.11). Thêm nước đến vạch và trộn.

Chuẩn bị mẫu trắng với cùng lượng thuốc thử như đã dùng khi chuẩn bị dung dịch thử.

6.2 Chuẩn bị các dung dịch đường chuẩn

Dùng pipet lấy chính xác 0; 1; 2; 3; 4 và 5 ml các dung dịch chuẩn (3.1) vào một dãy bình định mức 100 ml (4.4) rồi pha loãng đến khoảng 50 ml bằng nước. Thêm 8 ml axit sulfuric đậm đặc (3.7) và 10 ml axit clohydric đậm đặc (3.2). Thêm 0,191 g kali clorua (3.11) vào dung dịch chuẩn bari (3.1 b) và lắc để hòa tan. Thêm nước đến vạch và trộn.

Các dung dịch đường chuẩn có:

- nồng độ chì là 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 và 5,0 $\mu\text{g/ml}$;
- nồng độ bari và antimon là 0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 và 10,0 $\mu\text{g/ml}$;
- nồng độ cadimi và kẽm là 0; 0,1; 0,2; 0,3; 0,4 và 0,5 $\mu\text{g/ml}$;
- nồng độ đồng và crom là 0; 0,50; 1,0; 1,5; 2,0 và 2,5 $\mu\text{g/ml}$.

6.3 Điều kiện vận hành thiết bị

Chọn bước sóng và khí của thiết bị đo phổ hấp thụ nguyên tử (4.3) dùng cho từng nguyên tố theo quy định trong Bảng 1.

Bảng 1 – Bước sóng và khí dùng cho từng nguyên tố

Nguyên tố	Bước sóng, nm	Khí
Antimon	217,6	Không khí/axetylen
Bari	553,6	Dinitơ oxit/axetylen
Cadimi	228,8	Không khí/axetylen
Crom	357,9	Dinitơ oxit/axetylen
Đồng	324,8	Không khí/axetylen
Chì	283,3	Không khí/axetylen
Kẽm	213,9	Không khí/axetylen

TCVN 8900-6:2012

Các thông số vận hành phụ thuộc vào loại thiết bị và một vài thông số nhất định còn cần phải tối ưu hóa khi sử dụng để có được kết quả tốt nhất. Do vậy cần điều chỉnh thiết bị theo hướng dẫn sử dụng của nhà sản xuất thiết bị và dùng loại ngọn lửa và bước sóng như quy định nêu trên.

6.4 Dụng cụ chuẩn

Chỉnh thiết bị đo phổ hấp thụ nguyên tử (4.3) về điều kiện thích hợp. Tiến hành với dung dịch chuẩn (3.1) đậm đặc nhất chứa nguyên tố cần xác định và tối ưu hóa các thông số trên thiết bị để có sự chuyển dịch toàn thang hoặc tối đa trên máy ghi.

Đo độ hấp thụ của các dung dịch chuẩn khác và dựng đường chuẩn biểu diễn độ hấp thụ theo nồng độ của từng nguyên tố trong dung dịch chuẩn.

6.5 Xác định

Tiến hành với dung dịch thử (xem 6.1) và dung dịch mẫu trắng tương ứng, xác định độ hấp thụ tuyệt đối. Nếu nồng độ của nguyên tố trong dung dịch vượt ra ngoài thang chuẩn thì pha loãng dung dịch và đo lại độ hấp thụ.

Xác định nồng độ của mỗi nguyên tố trong dung dịch 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 bằng miligam trên kilogam (mg/kg) theo công thức sau:

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

Trong đó:

- C_i là nồng độ của nguyên tố trong dung dịch thử, xác định được từ đường chuẩn (xem 6.4), tính bằng microgam trên mililit ($\mu\text{g/ml}$);
- V là thể tích của bình định mức khi chuẩn bị dung dịch thử (xem 6.1), tính bằng mililit (ml). Trong trường hợp này, $V = 50$ 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) tất cả các chi tiết thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này, hoặc tùy ý lựa chọn cùng với các chi tiết bất thường nào khác có thể ảnh hưởng đến kết quả;
 - e) mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu thử.
-