

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 10030:2013

EN 1376:1996

Xuất bản lần 1

**THỰC PHẨM – XÁC ĐỊNH SACCHARIN TRONG
CÁC CHẾ PHẨM TẠO NGỌT – PHƯƠNG PHÁP ĐO PHỔ**

*Foodstuffs – Determination of saccharin in table top sweetener preparations –
Spectrometric method*

HÀ NỘI – 2013

Lời nói đầu

TCVN 10030:2013 hoàn toàn tương đương với EN 1376:1996;

TCVN 10030:2013 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 saccharin trong các chế phẩm tạo ngọt – Phương pháp đo phổ

*Foodstuffs – Determination of saccharin in table top sweetener preparations –
Spectrometric method*

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp đo phổ để xác định hàm lượng natri saccharin và hàm lượng saccharin trong các chế phẩm tạo ngọt dạng rắn được chuẩn bị từ cyclamate/saccharin hoặc saccharin.

Phép thử liên phòng thử nghiệm được tiến hành trên các viên tạo ngọt [1].

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi, bổ sung (nếu có).

TCVN 4851 (ISO 3696), *Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử.*

3 Nguyên tắc

Chuẩn bị dung dịch mẫu thử bằng cách hòa tan chế phẩm tạo ngọt trong dung dịch natri hydroxit. Đo quang phổ để xác định hàm lượng natri saccharin ở bước sóng có độ hấp thụ cực đại khoảng 265 nm.

4 Thuốc thử

Chỉ sử dụng các thuốc thử loại tinh khiết phân tích và nước ít nhất là loại 3 theo TCVN 4851 (ISO 3696), trừ khi có quy định khác.

TCVN 10030:2013

4.1 Chất chuẩn natri saccharin, có hàm lượng tối thiểu 98 % tính theo chất khô (sấy ở $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ đến khối lượng không đổi). Hao hụt khối lượng khi sấy không được quá 15 % (xem 6.2).

CHÚ THÍCH Để biết thêm thông tin về việc nhận biết và độ tinh khiết, xem [2].

4.2 Dung dịch natri hydroxit, $c(\text{NaOH}) = 0,1\text{ mol/l}^1$.

4.3 Dung dịch gốc natri saccharin, $\rho(\text{NaC}_7\text{H}_4\text{NO}_3\text{S}) \approx 1\text{ g/l}^2$.

Nghiền nhỏ một lượng ít nhất 1,5 g chất chuẩn natri saccharin (4.1), sau đó cân ngay khoảng 280 mg (m_1) chất chuẩn natri saccharin đã nghiền chưa sấy (tương đương với khoảng 250 mg natri saccharin dạng khan hoặc 223 mg saccharin dạng imid tự do), chính xác đến 0,1 mg, rồi hòa tan trong dung dịch natri hydroxit (4.2) trong bình định mức 250 ml, thêm dung dịch natri hydroxit (4.2) đến vạch. Đối với các hệ số chuyển đổi khối lượng (xem 7.2).

Bảo quản chất chuẩn natri saccharin đã nghiền nhỏ còn lại. Tiến hành xác định ngay hao hụt khối lượng khi sấy (xem 6.2).

Tính nồng độ khối lượng, ρ , của natri saccharin dạng khan, bằng miligam trên lít dung dịch gốc, theo Công thức (1):

$$\rho = \frac{m_1 \times (100 - L_D) \times 4}{100} \quad (1)$$

Trong đó:

m_1 là khối lượng chất chuẩn natri saccharin chưa sấy, dùng để chuẩn bị dung dịch gốc, tính bằng miligam (mg);

L_D là hao hụt khối lượng khi sấy, tính bằng phần trăm (%).

4.4 Dung dịch chuẩn natri saccharin

Dùng pipet lấy 2,0 ml, 5,0 ml, 10,0 ml và 15,0 ml dung dịch gốc natri saccharin (4.3), cho vào các bình định mức 100 ml riêng rẽ rồi thêm dung dịch natri hydroxit (4.2) đến vạch. 1 lít các dung dịch này chứa tương ứng khoảng 20 mg, 50 mg, 100 mg và 150 mg natri saccharin dạng khan.

CHÚ THÍCH Có thể sử dụng thêm các dung dịch có nồng độ nằm trong dải tuyến tính để dựng đường chuẩn.

¹⁾ c là nồng độ chất.

²⁾ ρ là nồng độ khối lượng.

5 Thiết bị, dụng cụ

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

5.1 Máy đo phổ, thích hợp để đo trong dải UV.

5.2 Cuvet thạch anh, có chiều dài đường quang 1 cm.

6 Cách tiến hành

6.1 Xác định khối lượng trung bình viên tạo ngọt

Xác định khối lượng của ít nhất 20 viên tạo ngọt, chính xác đến 0,1 mg, rồi tính khối lượng trung bình (m_2) của một viên.

CHÚ THÍCH Để tăng độ chính xác, nên sử dụng 100 viên tạo ngọt.

6.2 Xác định hao hụt khối lượng của chất chuẩn khi sấy

Cân khoảng 1,0 g chất chuẩn natri saccharin đã nghiền nhỏ được bảo quản), chính xác đến 0,1 mg, để chuẩn bị dung dịch gốc (4.3), sấy phần chất chuẩn này đến khối lượng không đổi ở $105\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$, rồi cân để xác định hao hụt khối lượng khi sấy (L_D), tính bằng phần trăm.

6.3 Chuẩn bị dung dịch mẫu thử

Hòa tan một lượng chế phẩm tạo ngọt đã nghiền nhỏ (m_0) tương đương với khoảng 35 mg natri saccharin, cân chính xác đến 0,1 mg, trong dung dịch natri hydroxit (4.2) trong bình định mức 50 ml, rồi thêm dung dịch natri hydroxit đến vạch.

Dùng pipet lấy 20,0 ml dung dịch này cho vào bình định mức 100 ml, thêm dung dịch natri hydroxit (4.2) đến vạch.

6.4 Xác định

6.4.1 Đo phổ hấp thụ của dung dịch chuẩn natri saccharin (4.4) chứa khoảng 100 mg natri saccharin dạng khan trong 1 000 ml, ở bước sóng từ 230 nm đến 300 nm trong cuvet thạch anh (5.2), sử dụng dung dịch natri hydroxit (4.2) làm dung dịch so sánh, rồi xác định bước sóng có độ hấp thụ cực đại (khoảng 265 nm).

6.4.2 Dụng đường chuẩn bằng cách đo độ hấp thụ của các dung dịch chuẩn natri saccharin (4.4) ở bước sóng có độ hấp thụ cực đại xác định được trong 6.4.1.

6.4.3 Đo phổ hấp thụ của dung dịch mẫu thử theo quy định trong 6.4.1 rồi xác định độ hấp thụ ở bước sóng có độ hấp thụ cực đại xác định được trong 6.4.1.

TCVN 10030:2013

Nếu hình dạng đồ thị thu được của dung dịch mẫu thử khác với hình dạng đồ thị của dung dịch chuẩn thì có thể có mặt chất gây nhiễu. Khi đó, không áp dụng được phương pháp này.

Kiểm tra khả năng áp dụng của phương pháp bằng cách xác định các độ hấp thụ ở bước sóng trên 15 nm hoặc dưới 15 nm so với bước sóng có độ hấp thụ cực đại (khoảng 265 nm). Tỷ số độ hấp thụ giữa các giá trị này so với độ hấp thụ cực đại không được khác với các tỷ số thu được khi sử dụng dung dịch chuẩn natri saccharin (4.4).

Các ví dụ về phổ hấp thụ của natri saccharin được nêu trong Phụ lục A.

7 Biểu thị kết quả

7.1 Yêu cầu chung

Dựng đường chuẩn các giá trị độ hấp thụ của dung dịch chuẩn natri saccharin (4.4) so với các nồng độ natri saccharin, tính bằng miligam trên lít.

Đường chuẩn phải tuyến tính.

Đọc nồng độ natri saccharin, x , tương ứng với độ hấp thụ của dung dịch mẫu thử từ đường chuẩn, tính bằng miligam trên lít

Có thể dùng cách tính khác sử dụng đường hồi quy.

7.2 Tính kết quả

7.2.1 Tính phần khối lượng, w_1 , của natri saccharin dạng khan, bằng miligam trên kilogam chế phẩm tạo ngọt, theo Công thức (2):

$$w_1 = \frac{x \times 0,25 \times 10^6}{m_0} \quad (2)$$

Trong đó:

x là nồng độ natri saccharin dạng khan trong dung dịch mẫu thử, đọc từ đường chuẩn, tính bằng miligam trên lít (mg/l);

m_0 là khối lượng mẫu ban đầu, tính bằng miligam (mg).

7.2.2 Tính phần khối lượng, w_2 , của natri saccharin dạng khan, bằng miligam trên viên, theo Công thức (3):

$$w_2 = \frac{x \times m_2 \times 0,25}{m_0} \quad (3)$$

Trong đó:

m_2 khối lượng trung bình viên tạo ngọt (xem 6.1), tính bằng miligam (mg);

x, m_0 xem Công thức (2).

7.2.3 Tính phần khối lượng, w_3 , của natri saccharin ngậm hai phân tử nước, bằng miligam trên kilogam chế phẩm tạo ngọt, theo Công thức (4):

$$w_3 = w_1 \times 1,175 \quad (4)$$

7.2.4 Tính phần khối lượng, w_4 , của saccharin, bằng miligam trên kilogam chế phẩm tạo ngọt, theo Công thức (5):

$$w_4 = w_1 \times 0,893 \quad (5)$$

7.2.5 Báo cáo kết quả phù hợp với quy định hiện hành bằng một trong các giá trị thu được trong 7.2.1 đến 7.2.4 sau khi làm tròn đến một chữ số thập phân.

8 Độ chụm

Chi tiết phép thử liên phòng thử nghiệm về độ chụm của phương pháp phù hợp với ISO 5725:1986 [3]³⁾, được nêu trong Phụ lục B.

Các giá trị thu được từ phép thử liên phòng thử nghiệm này có thể không áp dụng cho các dải nồng độ và nền mẫu khác với các giá trị đã nêu trong Phụ lục B.

8.1 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa các kết quả của hai phép thử đơn lẻ, trên vật liệu thử giống hệt nhau, do một người thực hiện, sử dụng cùng thiết bị, thực hiện trong một khoảng thời gian ngắn, không được quá 5 % các trường hợp vượt quá giới hạn lặp lại r .

Giá trị này là: $r = 0,42 \text{ mg}/100 \text{ g}$.

³⁾ ISO 5725:1986 đã hủy và thay thế bằng bộ tiêu chuẩn ISO 5275 (gồm 6 phần) được chấp nhận thành bộ tiêu chuẩn TCVN 6910 (gồm 6 phần).

8.2 Độ tái lập

Chênh lệch tuyệt đối giữa các kết quả của hai phép thử đơn lẻ, trên vật liệu thử giống hệt nhau, trong hai phòng thử nghiệm khác nhau, do những người phân tích khác nhau thực hiện, sử dụng các thiết bị khác nhau, không được quá 5 % các trường hợp vượt quá giới hạn tái lập R .

Giá trị này là: $R = 0,85 \text{ mg}/100 \text{ g}$.

9 Báo cáo thử nghiệm

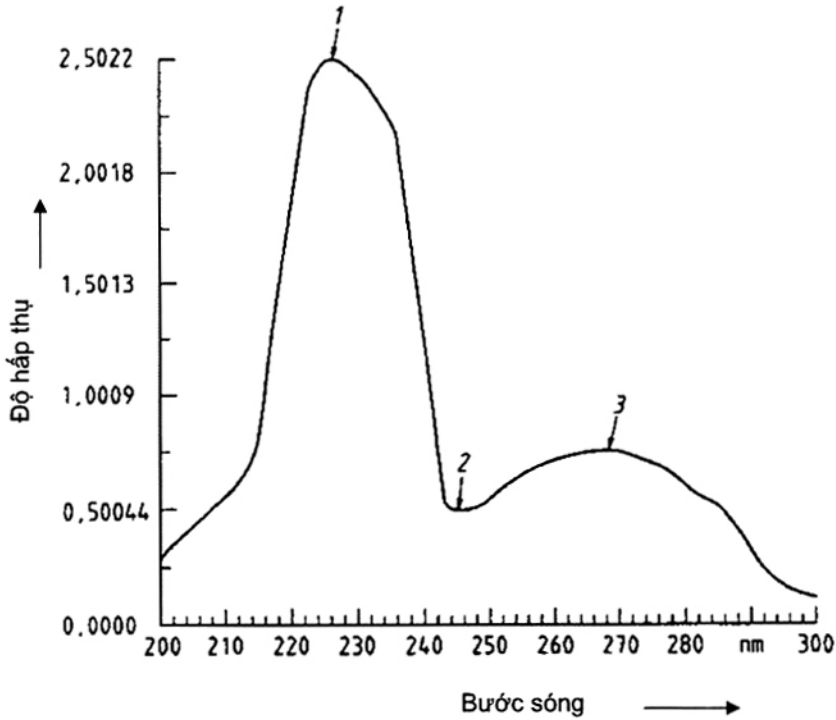
Báo cáo thử nghiệm phải nêu rõ:

- mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu thử;
- phương pháp thử đã sử dụng, viện dẫn tiêu chuẩn này;
- kết quả và đơn vị tính;
- kết quả cuối cùng thu được, nếu kiểm tra độ lặp lại;
- mọi điểm bất thường quan sát được trong quá trình thử nghiệm;
- mọi chi tiết thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này hoặc được xem là tùy chọn, cùng với mọi tình huống bất thường khác có thể ảnh hưởng đến kết quả.

Phụ lục A
(Tham khảo)

Các ví dụ về phổ hấp thụ của dung dịch chuẩn natri saccharin

Mẫu	Natri saccharin
Dung môi	NaOH 0,1 mol/l
Nồng độ	100 mg/l
Hàm số	Độ hấp thụ
Dải bước sóng	Từ 200 nm đến 300 nm



Các giá trị tối đa hoặc tối thiểu được công nhận:

1: Bước sóng = 226 nm	Độ hấp thụ = 2,502197
2: Bước sóng = 246 nm	Độ hấp thụ = 0,498856
3: Bước sóng = 270 nm	Độ hấp thụ = 0,750565

Hình A.1 – Phổ hấp thụ của dung dịch chuẩn natri saccharin

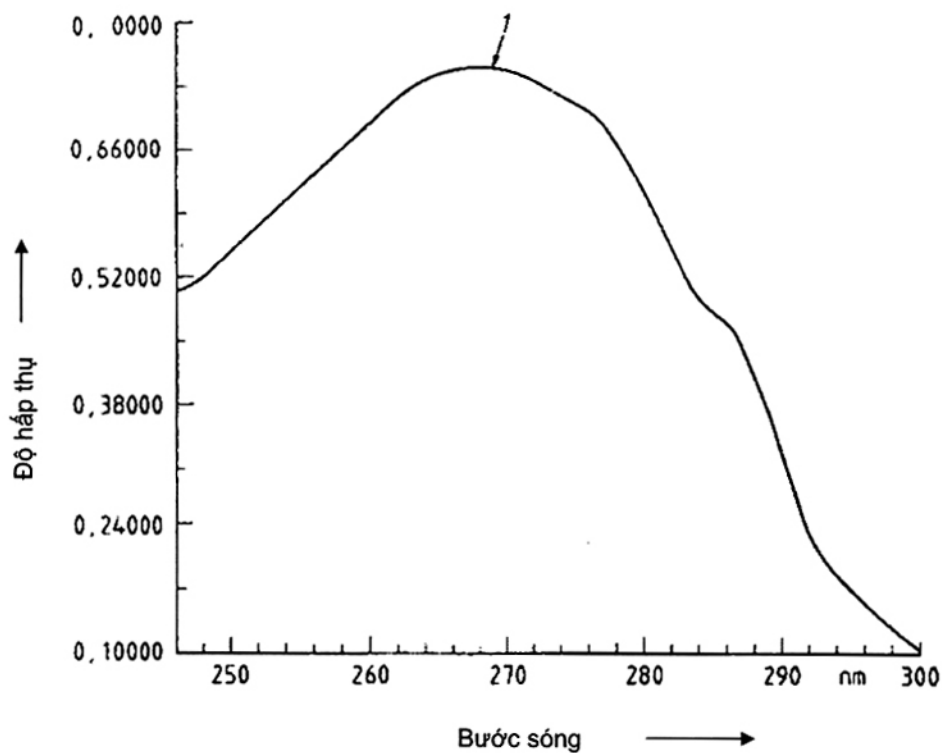
Mẫu Natri saccharin

Dung môi NaOH 0,1 mol/l

Nồng độ 100 mg/l

Hàm số Độ hấp thụ

Dải bước sóng Từ 246 nm đến 300 nm



Giá trị tối đa được công nhận:

1 : Bước sóng = 270 nm

Độ hấp thụ = 0,750565

Hình A.2 – Phổ hấp thụ của dung dịch chuẩn natri saccharin

Phụ lục B

(Tham khảo)

Dữ liệu về độ chụm

Các giá trị được xác định trong phép thử liên phòng thử nghiệm phù hợp với ISO 5725:1986 [3]. Các phép thử do Viện Max von Pettenkofer thuộc sở Y tế Liên bang, Cục Hóa học Thực phẩm, Berlin, Đức [1] tổ chức thực hiện.

Bảng B.1 – Dữ liệu về độ chụm

Mẫu	Chế phẩm tạo ngọt saccharin-cyclamate
Năm tiến hành phép thử liên phòng thử nghiệm	1986
Số lượng phòng thử nghiệm	8
Số lượng mẫu	1
Số lượng các phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	7
Số lượng các phòng thử nghiệm ngoại lệ	1
Số lượng các kết quả chấp nhận được	41
Giá trị trung bình, \bar{x}	5,80 mg/100 g
Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r	0,51 mg/100 g
Độ lệch chuẩn tương đối lặp lại, RSD_r	2,59 %
Giới hạn lặp lại, r	0,42 mg/100 g
Độ lệch chuẩn tái lập, s_R	0,30 mg/100 g
Độ lệch chuẩn tương đối tái lập, RSD_R	5,23 %
Giới hạn tái lập, R	0,85 g/100 ml

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] *Untersuchung von Lebensmitteln: Bestimmung des Aspartamgehaltes in Süßstoff-Tabletten L 57.22.99-4*, Dezember 1989, (Food Analysis: Determination of aspartam content of sweetener tablets L 57.22.99-4, 1989-12) In: *Amtliche Sammlung von Untersuchungsverfahren nach §35 LMBG: Verfahren zur Probenahme und Bedarfsegegenständen/Bundesgesundheitsamt (In: Collection of official methods under article 35 of the German Federal Foods Act; Methods of sampling and analysis of foods, tobacco products, cosmetics and commodity goods, Federal Healthy Office) Loseblattausgabe, Stand Mai 1994. Bd. 1 (Losse-leaf edition of 1994-05 Vol. I.)* Berlin, Köln: Beuth Verlag GmbH.
- [2] *FAO Food and Nutrition Paper 19 of the Joint FAO/WHO Expert Committee on Food Additives*, April 1981.
- [3] *ISO 5725:1986, Precision of test methods – Determination of repeatability and reproducibility for a standard test method by inter-laboratory tests.*
-