

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 3: Hàm lượng nitơ (Phương pháp Kjeldahl)

*Food additives – Determination of inorganic components –
Part 3: Nitrogen content (Kjeldahl method)*

CẢNH BÁO: Phòng thử nghiệm phải có hệ thống thông khí thích hợp và không được để tích lũy phơi nhiễm thủy ngân.

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng nitơ trong phụ gia thực phẩm bằng phương pháp Kjeldahl.

CHÚ THÍCH 1: Có thể sử dụng thiết bị phân hủy Kjeldahl và thiết bị xác định hàm lượng nitơ tự động có bán sẵn.

2 Thuốc thử và vật liệu thử

Tất cả thuốc thử được sử dụng phải là loại tinh khiết phân tích, không được chứa nitơ hoặc chứa hàm lượng nitơ rất thấp. Nước sử dụng phải là nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương, trừ khi có quy định khác.

2.1 Kali sulfat, dạng bột hoặc natri sulfat khan.

2.2 Đồng (II) sulfat, dạng bột.

2.3 Dung dịch axit sulfuric

2.3.1 Dung dịch axit sulfuric, đậm đặc ($d = 1,84 \text{ g/ml}$).

2.3.2 Dung dịch axit sulfuric, 10 % (khối lượng/thể tích).

2.3.3 Dung dịch axit sulfuric, 0,5 N.

TCVN 8900-3:2012

2.3.4 Dung dịch axit sulfuric, 0,01 N.

2.4 Dung dịch natri hydroxit, 40 %.

2.5 Dung dịch axit boric, 4 %.

2.6 Xanh metylen

Hòa tan 0,125 g xanh metylen trong 100 ml etanol, pha loãng bằng etanol đến 250 ml.

2.7 Đỏ metyl

Hòa tan 0,1 g đỏ metyl trong 100 ml etanol và lọc, nếu cần.

2.8 Hỗn hợp thuốc thử đỏ metyl/xanh metylen

Thêm 10 ml đỏ metyl vào 10 ml xanh metylen, trộn đều.

2.9 Hydro peroxit 30 %.

2.10 Axit salicylic.

2.11 Natri thiosulfat, dạng bột.

2.12 Thủy ngân (II) oxit.

2.13 Axit benzoic.

2.14 Sacaroza.

2.15 Giấy lọc, không chứa nitơ.

3 Thiết bị, dụng cụ

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

3.1 Bình Kjeldahl, bằng thủy tinh cứng, dung tích 500 ml.

3.2 Hệ thống chưng cất, được trang bị bầu nối Kjeldahl và một sinh hàn, hoặc thiết bị Kjeldahl bán vi lượng.

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

4 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.

5 Cách tiến hành

5.1 Phương pháp I

Phương pháp này không áp dụng cho một số hợp chất chứa nitơ khi vô cơ hóa bằng axit sulfuric mà không giải phóng ra toàn bộ nitơ.

5.1.1 Khi không có mặt nitrit và nitrat

Cân khoảng 1 g mẫu thử, chính xác đến 0,1 mg, cho vào bình Kjeldahl 500 ml (3.1), trừ khi có quy định khác. Nếu mẫu là dạng rắn hay bán rắn, có thể gói mẫu trong giấy lọc không chứa nitơ (2.15) để chuyển mẫu vào bình. Thêm vào bình 10 g bột kali sulfat hoặc natri sulfat khan (2.1), 500 mg bột đồng (II) sulfat (2.2) và 20 ml axit sulfuric đậm đặc (2.3.1).

Đun nóng nhẹ hỗn hợp, giữ bình luôn nằm nghiêng một góc 45°, khi hết sủi bọt, đun sôi hỗn hợp đến khi dung dịch giữ nguyên màu xanh trong hoặc gần như không màu trong 30 min. Để nguội, thêm 150 ml nước, lắc đều, làm nguội. Rót cẩn thận 100 ml dung dịch natri hydroxit (2.4) dọc theo thành bình sao cho dung dịch này tạo thành một lớp phía dưới dung dịch axit, sau đó thêm vài hạt kẽm. Nối bình với thiết bị chưng cất (3.2), đầu ra của sinh hàn được nhúng chìm dưới bề mặt của 50 ml dung dịch axit boric (2.5) đựng trong bình hoặc chai 500 ml. Xoay nhẹ dung dịch trong bình hứng Kjeldahl để trộn đều và chưng cất cho đến khi khoảng hai phần ba dung dịch đã được thu hồi trong bình hứng. Thêm vào bình hứng hỗn hợp thuốc thử đỏ metyl/xanh metylen (2.8) và chuẩn độ bằng dung dịch axit sulfuric 0,5 N (2.3.3).

Tiến hành trên một mẫu trắng, thay mẫu thử bằng 2 g sacaroza (2.14) và tính số hiệu chỉnh cần thiết.

CHÚ THÍCH: Nếu biết trước chất cần phân tích có hàm lượng nitơ thấp, có thể dùng dung dịch axit sulfuric 0,1 N thay cho dung dịch axit sulfuric 0,5 N.

5.1.2 Khi có mặt nitrit và nitrat

Cân một lượng mẫu thử chứa khoảng 150 mg nitơ, chính xác đến 0,1 mg, chuyển vào bình Kjeldahl 500 ml (3.1), thêm 25 ml axit sulfuric đậm đặc (2.3.1) trong đó đã hòa tan 1 g axit salicylic (2.10), lắc đều, để yên trong 30 min, thỉnh thoảng lắc lại. Thêm 5 g bột natri thiosulfat (2.11), lắc đều, sau đó thêm 500 mg bột đồng (II) sulfat (2.2) hoặc thủy ngân (II) oxit (2.12) và tiếp tục theo quy định trong 5.1.1, bắt đầu từ "Đun nóng nhẹ hỗn hợp...". Trước khi vô cơ hóa các chất có hàm lượng nitơ vượt quá 10 %, thêm từ 500 mg đến 1 g axit benzoic (2.13) để quá trình vô cơ hóa thuận lợi hơn.

TCVN 8900-3:2012

5.2 Phương pháp 2 (phương pháp bán vi lượng)

Cân một lượng mẫu thử hoặc đong một thể tích mẫu thử chứa khoảng 2 mg đến 3 mg nitơ, chính xác đến 0,1 mg, chuyển vào bình vô cơ hóa của thiết bị Kjeldahl bán vi lượng (3.2). Thêm 1 g hỗn hợp bột kali sulfat (2.1) và đồng (II) sulfat (2.2) (tỷ lệ 10 : 1), dùng tia nước nhỏ để rửa tất cả mẫu dính vào cổ bình xuống, sau đó rót 7 ml axit sulfuric đậm đặc (2.3.1) theo thành trong bình để rửa. Cẩn thận, cho 1 ml hydro peroxit 30 % (2.9), xoay tròn bình trong khi thêm.

Cảnh báo: Không thêm hydro peroxit (2.9) trong quá trình vô cơ hóa.

Đun nóng trên ngọn lửa hay bếp điện cho đến khi dung dịch có màu xanh trong và thành bình không có mẫu bị than hóa. Thêm cẩn thận 20 ml nước, làm nguội, sau đó cho 30 ml dung dịch natri hydroxit (2.4) qua phễu và rửa phễu bằng 10 ml nước. Nối bình với hệ thống chưng cất lôi cuốn hơi nước (3.2) và bắt đầu cất ngay bằng hơi nước. Cho dịch cất vào 15 ml dung dịch axit boric (2.5) đã được thêm 3 giọt hỗn hợp thuốc thử đỏ metyl/xanh metylen (2.8) và đủ nước để che ngập đầu ống sinh hàn. Tiếp tục cho hơi nước đi qua cho đến khi thu được từ 80 ml đến 100 ml dịch cất, sau đó tháo bình hấp thụ ra, rửa đầu ra sinh hàn bằng một ít nước. Chuẩn độ dịch cất bằng dung dịch axit sulfuric 0,01 N (2.3.4).

CHÚ THÍCH 1: Nếu mẫu phân tích có chứa nhiều hơn 2 mg đến 3 mg nitơ, dẫn đến thể tích chuẩn độ lớn hơn 15 ml thì có thể dùng dung dịch axit sulfuric 0,02 N hay dung dịch axit sulfuric 0,1 N thay cho dung dịch axit sulfuric 0,01 N.

CHÚ THÍCH 2: Nếu lượng cân của mẫu thử khô lớn hơn 100 mg, thì tăng lượng axit sulfuric và natri hydroxit tương đương được thêm vào trước khi cất.

6 Tính kết quả

6.1 Phương pháp I

Hàm lượng nitơ của mẫu thử, X, tính bằng phần trăm khối lượng (%), theo công thức sau:

$$X = \frac{V \times 7,003}{w \times 1000} \times 100$$

Trong đó:

V là thể tích dung dịch axit sulfuric 0,5 N (2.3.3) đã sử dụng, tính bằng mililit (ml);

7,003 là khối lượng nitơ tương ứng với 1 ml dung dịch axit sulfuric 0,5 N, tính bằng miligam trên mililit (mg/ml);

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

1000 là hệ số chuyển đổi từ gam sang miligam.

CHÚ THÍCH: Nếu dùng dung dịch axit sulfuric 0,1 N thay cho dung dịch axit sulfuric 0,5 N thì hàm lượng nitơ của mẫu thử, X, tính bằng phần trăm khối lượng (%), theo công thức sau:

$$X = \frac{V \times 1,401}{w \times 1000} \times 100$$

Trong đó:

V là thể tích dung dịch axit sulfuric 0,1 N đã sử dụng, tính bằng mililit (ml);

1,401 là khối lượng nitơ tương ứng với 1 ml dung dịch axit sulfuric 0,1 N, tính bằng miligam trên mililit (mg/ml).

6.2 Phương pháp II

Hàm lượng nitơ của mẫu thử, X, tính bằng phần trăm khối lượng (%), theo công thức sau:

$$X = \frac{V \times 0,140}{w \times 1000} \times 100$$

Trong đó:

V là thể tích dung dịch axit sulfuric 0,01 N (2.3.4) đã sử dụng, tính bằng mililit (ml);

0,140 là khối lượng nitơ tương ứng với 1 ml dung dịch axit sulfuric 0,01 N, tính bằng miligam trên mililit (mg/ml);

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

1000 là hệ số chuyển đổi từ gam sang miligam.

7 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ:

- phương pháp lấy mẫu đã sử dụng, nếu biết;
- phương pháp thử đã dùng, viện dẫn tiêu chuẩn này;
- kết quả thử nghiệm thu được;
- 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;
- mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu thử.