

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 2: Hao hụt khối lượng khi sấy, hàm lượng tro, chất không
tan trong nước và chất không tan trong axit**

Food additives – Determination of inorganic components –

Part 2: Loss on drying, ash, water-insoluble matter and acid-insoluble matter contents

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hao hụt khối lượng khi sấy, hao hụt khối lượng khi nung, hàm lượng tro, chất không tan trong nước, chất không tan trong axit và cặn không bay hơi trong phụ gia thực phẩm.

2 Thuốc thử và vật liệu thử

Tất cả thuốc thử được sử dụng phải là loại tinh khiết phân tích, nước sử dụng phải là nước cất đã khử khoáng hoặc nước có độ tinh khiết tương đương, trừ khi có quy định khác.

2.1 Etanol, 96 % (thể tích).

2.2 Axit hydrocloric, dung dịch 10 % (khối lượng/thể tích).

2.3 Axit sulfuric, dung dịch 10 % (khối lượng/thể tích).

2.4 Giấy lọc không tro.

2.5 Chất trợ lọc, đã được rửa bằng axit thích hợp và được sấy khô ở 105 °C trong 1 h.

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

TCVN 8900-2:2012

3.2 Tủ sấy, có thể hoạt động ở nhiệt độ 105 °C hoặc ở dải nhiệt độ thích hợp.

3.3 Lò nung, có thể hoạt động ở nhiệt độ khoảng 550 °C và ở 800 °C ± 25 °C.

3.4 Cốc cân, nông lòng, có nắp thủy tinh.

3.5 Chén nung.

3.6 Đĩa platin, dung tích 50 ml đến 100 ml.

3.7 Đĩa platin làm bay hơi, dung tích 125 ml.

3.8 Đĩa thạch anh hoặc đĩa sứ.

3.9 Bình hút ẩm hoặc bình hút ẩm chân không có chứa axit sulfuric.

3.10 Bếp điện hoặc đèn Argand hoặc bếp đèn hồng ngoại.

3.11 Pipet.

3.12 Đũa thủy tinh.

3.13 Cốc có mỏ, dung tích 250 ml.

3.14 Mặt kính đồng hồ.

3.15 Nồi hơi.

3.16 Phễu lọc.

3.17 Phễu lọc Gooch.

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 Phương pháp thử

5.1 Xác định hao hụt khối lượng khi sấy

CHÚ THÍCH: Do các chất bay hơi có thể bao gồm nhiều chất khác ngoài nước, phép xác định này được dùng cho các hợp chất mà phần hao hụt khối lượng do sấy có thể không chỉ do nước bay hơi.

5.1.1 Cách tiến hành

Cân từ 1 g đến 2 g mẫu thử đã được trộn kỹ, chính xác đến 0,1 mg. Nghiền mịn mẫu thử nếu là dạng tinh thể. Cân trước cốc cân (3.4) đã được sấy trong 30 min ở cùng điều kiện thực hiện phép thử. Chuyển mẫu thử vào cốc cân, đậy nắp, cân lại cốc có mẫu thử. Dàn mẫu ra thật đều để bề dày lớp mẫu khoảng 5 mm và không quá 10 mm trong trường hợp lượng mẫu quá lớn. Đặt cốc cùng với lượng mẫu vào tủ sấy (3.2), mở nắp và để nắp lại trong tủ, sấy khô mẫu trong khoảng thời gian và ở nhiệt độ như quy định trong tiêu chuẩn cụ thể. Khi lấy mẫu ra, đậy nắp ngay và chuyển vào bình hút ẩm (3.9) để làm nguội mẫu đến nhiệt độ phòng.

Nếu mẫu nóng chảy ở nhiệt độ thấp hơn nhiệt độ quy định trong phép xác định này, chuẩn bị mẫu như mô tả ở trên, rồi đặt cốc mẫu vào một bình hút ẩm chân không có chứa axit sulfuric (3.9). Hút chân không bình hút ẩm đến 130 Pa (1 mmHg), để nguyên chân không trong 24 h rồi cân mẫu đã được làm khô.

LƯU Ý: Phải thực hiện các biện pháp để phòng thích hợp khi cân các mẫu để hút ẩm hoặc để chảy nước để đảm bảo mẫu không hấp thụ hơi ẩm.

5.1.2 Tính kết quả

Hao hụt khối lượng của mẫu thử khi sấy, X , tính bằng phần trăm khối lượng (%), được tính theo công thức sau:

$$X = \frac{w_1 - w_2}{w} \times 100$$

Trong đó:

w_1 là khối lượng cốc cân chứa mẫu thử trước khi sấy, tính bằng gam (g);

w_2 là khối lượng cốc cân chứa mẫu thử sau khi sấy, tính bằng gam (g);

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

5.2 Xác định hao hụt khối lượng khi nung

5.2.1 Cách tiến hành

Tiến hành theo quy định trong 5.1.1, nung mẫu ở nhiệt độ 450 °C đến 550 °C, sử dụng đĩa platin (3.7) hoặc đĩa thạch anh hoặc đĩa sứ (3.8) thay cho cốc cân.

5.2.2 Tính kết quả

Hao hụt khối lượng của mẫu thử khi nung được tính theo công thức nêu trong 5.1.2.

TCVN 8900-2:2012

5.3 Xác định hàm lượng tro

5.3.1 Xác định tro tổng số

5.3.1.1 Cách tiến hành

Cân một lượng mẫu chứa khoảng 20 mg tro, chính xác đến 0,1 mg, cho vào chén nung (3.5) đã biết trước khối lượng, nung ở nhiệt độ khoảng 550 °C, chỉ nung đến khi không còn cacbon (không nung đến khi có màu đỏ sẫm), rồi để nguội trong bình hút ẩm (3.9) và cân. Nếu than thu được vẫn còn chứa cacbon thì làm ẩm than bằng nước nóng, dùng đĩa thủy tinh (3.12) trải đều phần than này ra, sấy khô trong lò có thông khí rồi nung lại. Nếu vẫn chưa thu được tro không chứa cacbon thì để nguội chén nung, thêm 15 ml etanol (2.1), dùng đĩa thủy tinh (3.12) dầm vụn khối tro này, đốt hết etanol, nung tiếp đến màu đỏ đậm, để nguội trong bình hút ẩm (3.9) và cân.

CHÚ THÍCH: Nếu có vật liệu hữu cơ khó oxy hóa, có thể dùng chất hỗ trợ tro hóa như amoni nitrat. Thêm vài giọt hydro peroxit có thể làm oxy hóa được chất hữu cơ này.

5.3.1.2 Tính kết quả

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

$$X = \frac{W_2 - W_0}{w} \times 100$$

Trong đó:

w_0 là khối lượng cốc cân, tính bằng gam (g);

w_2 là khối lượng cốc cân chứa phần tro sau khi nung, tính bằng gam (g);

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

5.3.2 Xác định tro không tan trong axit

5.3.2.1 Cách tiến hành

Đun sôi phần tro thu được theo 5.3.1.1 trong 25 ml dung dịch axit hydrocloric loãng (2.2) trong 5 min, thu lấy phần cặn trên tám giấy lọc không tro thích hợp (2.4), rửa bằng nước nóng đã khử khoáng, rồi nung đến nhiệt độ 800 °C ± 25 °C trong thời gian được quy định trong tiêu chuẩn cụ thể, sau đó để nguội trong bình hút ẩm (3.9) và cân.

5.3.2.2 Tính kết quả

Hàm lượng tro không tan trong axit của mẫu thử được tính theo công thức nêu trong 5.3.1.2.

5.3.3 Xác định tro sulfat

5.3.3.1 Cách tiến hành

5.3.3.1.1 Phương pháp I (đối với mẫu dạng rắn)

Cân một lượng mẫu thích hợp vào đĩa platin (3.6) đã biết trước khối lượng, hoặc vật chứa thích hợp khác. Thêm dung dịch axit sulfuric loãng (2.3) đủ để làm ẩm toàn bộ lượng mẫu này. Nung nóng từ từ trên bếp điện hoặc ngọn lửa đèn Argand hoặc đèn hồng ngoại (3.10) đến khi mẫu khô và than hóa hoàn toàn. Tiếp tục nung nóng cho đến khi toàn bộ mẫu bay hơi hết hoặc khi đã oxy hóa gần hết cacbon, rồi để nguội. Làm ẩm cặn còn lại bằng 0,5 ml dung dịch axit sulfuric (2.3) rồi nung nóng theo cách nêu trên đến khi phần mẫu còn lại và toàn bộ lượng axit sulfuric đã bay hơi hết. Cuối cùng, nung mẫu trong lò nung (3.3) ở nhiệt độ $800\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ trong 15 min, hoặc lâu hơn nếu cần, cho đến khi cháy hết, rồi để nguội trong bình hút ẩm (3.9) và cân.

CHÚ THÍCH: Để axit sulfuric dễ bay hơi, nên thêm vào vài mảnh amoni cacbonat trước khi nung lần cuối cùng.

5.3.3.1.2 Phương pháp II (đối với mẫu dạng lỏng)

Cân một lượng mẫu thích hợp vào một cốc chứa đã biết trước khối lượng, trừ khi có quy định khác, thêm 10 ml dung dịch axit sulfuric loãng (2.3), trộn kỹ. Cho bay hơi hoàn toàn mẫu bằng cách đun nóng nhẹ không để sôi, rồi để nguội. Cuối cùng, nung mẫu trong lò nung (3.3) ở nhiệt độ $800\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong 15 min hoặc lâu hơn, để nguội trong bình hút ẩm (3.9) rồi cân.

5.3.3.2 Tính kết quả

Hàm lượng tro sulfat của mẫu thử được tính theo công thức nêu trong 5.3.1.2.

5.4 Xác định chất không tan trong nước

5.4.1 Cách tiến hành

Cân khoảng 10 g mẫu thử, chính xác đến 0,1 mg. Xử lý mẫu với 100 ml nước nóng, lọc qua phễu lọc (3.16) đã biết trước khối lượng. Rửa kết tủa không tan bằng nước nóng, sấy khô ở nhiệt độ $105\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong 2 h, để nguội trong bình hút ẩm (3.9) và cân.

5.4.2 Tính kết quả

Hàm lượng chất không tan trong nước của mẫu thử, X, tính bằng phần trăm khối lượng (%), theo công thức sau:

$$X = \frac{W_4 - W_3}{w} \times 100$$

TCVN 8900-2:2012

Trong đó:

w_3 là khối lượng phễu lọc, tính bằng gam (g);

w_4 là khối lượng phễu lọc chứa các chất không tan trong nước sau khi sấy, tính bằng gam (g);

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

5.5 Xác định chất không tan trong axit

5.5.1 Cách tiến hành

Cân khoảng 2 g mẫu, chính xác đến 0,1 mg, chuyển vào cốc có mỏ 250 ml (3.13) chứa 150 ml nước và 1,5 ml dung dịch axit sulfuric (2.3). Đặt cốc bằng mặt kính đồng hồ (3.14) rồi đun nóng hỗn hợp trên nồi hơi (3.15) trong 6 h, dùng một que khuấy đầu cao su tạo thành cốc thường xuyên trong khi đun và bù đủ phần nước bị bay hơi. Cân 500 mg chất trợ lọc (2.5), chính xác đến 0,1 mg, cho vào dung dịch mẫu thử rồi lọc dung dịch qua phễu lọc Gooch (3.17) đã biết trước khối lượng có trải lưới amiang. Rửa cặn nhiều lần bằng nước nóng, sấy phễu và cặn trên phễu ở nhiệt độ 105 °C trong 3 h, để nguội trong bình hút ẩm (3.9) rồi cân.

5.5.2 Tính kết quả

Hàm lượng chất không tan trong axit của mẫu thử, X , tính bằng phần trăm khối lượng (%), theo công thức sau:

$$X = \frac{w_7 - w_6 - w_5}{w} \times 100$$

Trong đó:

w_5 là khối lượng chất trợ lọc đã sử dụng, tính bằng gam (g);

w_6 là khối lượng phễu lọc Gooch (3.17) cùng với lưới amiang, tính bằng gam (g);

w_7 là khối lượng phễu lọc Gooch chứa các chất không tan trong axit sau khi sấy, tính bằng gam (g);

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

5.6 Xác định cặn không bay hơi

5.6.1 Cách tiến hành

Lấy khoảng 100 ml mẫu thử dạng lỏng, chuyển vào đĩa platin làm bay hơi có dung tích 125 ml (3.7) đã biết trước khối lượng, được sấy trước ở 105 °C đến khối lượng không đổi. Cho bay hơi mẫu đến khô

trên nồi hơi (3.15). Sấy đĩa ở nhiệt độ 105 °C, trong 30 min hoặc đến khối lượng không đổi, để nguội trong bình hút ẩm (3.9) và cân.

5.6.2 Tính kết quả

Hàm lượng cặn không bay hơi của mẫu thử, X, tính bằng miligam trên mililit (mg/ml), theo công thức sau:

$$X = \frac{w_9 - w_8}{V} \times 1000$$

Trong đó:

w_8 là khối lượng của đĩa platin, tính bằng gam (g);

w_9 là khối lượng của đĩa platin chứa cặn không bay hơi sau khi sấy, tính bằng gam (g);

V là thể tích mẫu thử, tính bằng mililit (ml).

6 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.
