

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 1: Hàm lượng nước (Phương pháp chuẩn độ Karl Fischer)**

Food additives – Determination of inorganic components –

Part 1: Water content (Karl Fischer titrimetric method)

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng nước trong phụ gia thực phẩm bằng phương pháp chuẩn độ Karl Fischer.

2 Nguyên tắc

Hàm lượng nước được xác định bằng phương pháp chuẩn độ Karl Fischer, dựa trên phản ứng định lượng của nước với dung dịch khan của lưu huỳnh dioxit và iốt với sự có mặt của chất đệm phản ứng với ion H^+ . Trong dung dịch chuẩn độ ban đầu, còn được gọi là thuốc thử Karl Fischer, lưu huỳnh dioxit và iốt được hòa tan trong pyridin và metanol.

CHÚ THÍCH: Quá trình chuẩn độ được tiến hành với metanol khan làm dung môi hòa tan mẫu; tuy nhiên, có thể sử dụng các dung môi khác phù hợp cho những mẫu thử đặc biệt hay bất thường. Các chất có thể ảnh hưởng tới kết quả phân tích gồm ion sắt (III), clo và các tác nhân oxy hóa tương tự, cũng như lượng đáng kể axit mạnh hoặc bazơ mạnh, phosgen hoặc bất cứ tác nhân nào cho phép oxy hoá iodua thành iốt, làm hỏng thuốc thử và cho kết quả mẫu thử hoàn toàn khan trong khi thực tế vẫn có nước (âm tính giả). Có thể thêm β -hydroxy-quinolin vào cốc phản ứng để loại trừ ảnh hưởng của ion sắt (III). Ảnh hưởng của clo có thể được loại trừ bằng SO_2 hoặc một hydrocarbon không no. Có thể thêm lượng dư pyridin hoặc các amin khác vào bình để loại trừ ảnh hưởng của axit mạnh. Có thể thêm dư axit axetic hoặc các axit carboxylic khác để làm giảm ảnh hưởng của các bazơ mạnh. Các aldehyt và xeton có thể phản ứng với dung dịch, cho kết quả mẫu có nước trong khi detector không bao giờ đạt tới điểm kết thúc (dương tính giả).

3 Thuốc thử

CẢNH BÁO: Pyridin là chất độc. Người phân tích cần có biện pháp bảo hộ phù hợp và mọi thao tác phải được tiến hành trong tủ hút khói.

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

TCVN 8900-1:2012

3.1 Thuốc thử Karl Fischer.

CHÚ THÍCH: Nếu cần pha loãng thuốc thử Karl Fischer, phải thực hiện theo chỉ dẫn của nhà sản xuất. Có thể sử dụng metanol hoặc dung môi hữu cơ thích hợp khác như etylen glycol monometyl ete làm chất pha loãng.

3.2 Metanol khan tuyệt đối hoặc dung môi thích hợp khác.

CHÚ THÍCH: Có thể dùng thuốc thử chứa các dung môi hoặc bazơ thay cho pyridin và/hoặc alcohol khác thay cho metanol. Hỗn hợp thuốc thử này có thể được trộn sẵn và bán dưới dạng lọ dung dịch hoặc được đóng trong các lọ riêng rẽ, chỉ được trộn vào nhau tạo thành hỗn hợp thuốc thử ngay khi định lượng.

4 Thiết bị, dụng cụ

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

4.1 Thiết bị chuẩn độ, loại chuẩn độ thể tích hoặc chuẩn độ điện thế.

Có thể dùng bất cứ thiết bị nào cho phép cách ly tốt với hơi ẩm trong không khí và xác định được điểm kết thúc.

Trong trường hợp dung dịch không màu được chuẩn độ trực tiếp, điểm kết thúc có thể quan sát được bằng mắt thường qua sự đổi màu từ màu hoàng yến sang màu hồng phách.

Thông thường, điểm dừng được xác định bằng phương pháp đo điện thế. Sử dụng thiết bị chuẩn độ có điện thế khoảng 200 mV giữa hai điện cực platin (diện tích khoảng 5 mm² và cách nhau khoảng 2,5 cm) nhúng trong dung dịch cần chuẩn độ. Tại điểm kết thúc của quá trình chuẩn độ, một lượng nhỏ thuốc thử dư sẽ làm tăng cường độ dòng lên khoảng 50 µA đến 150 µA trong 30 s đến 30 min, tùy thuộc vào dung dịch cần chuẩn độ. Thời gian ngắn nhất khi chất thử hòa tan trong thuốc thử Karl Fischer. Với các chất rắn không phân tán ngay vào dung dịch trong thuốc thử Karl Fischer sẽ cần thời gian dài hơn. Với một số thiết bị chuẩn độ tự động, sự thay đổi đột ngột về dòng hay thế tại điểm kết thúc sẽ đóng van buret cung cấp thuốc thử để chuẩn độ.

Thiết bị có bán sẵn thường bao gồm một hệ thống kín có một hay hai buret tự động và một bình chuẩn độ có nắp đậy thật kín được lắp các điện cực cần thiết và một que khuấy từ. Không khí trong hệ thống được giữ khô nhờ chất hút ẩm thích hợp như phospho pentoxit và bình chuẩn độ có thể được súc trước bằng luồng nitơ khô hoặc luồng không khí khô.

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

4.3 Pipet.

4.4 Micropipet.

4.5 Xyranh.

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 mẫu thử

Cân một lượng mẫu thử có chứa tương ứng khoảng từ 10 mg đến 250 mg nước, chính xác đến 0,1 mg. Nếu mẫu thử hút ẩm, cân chính xác một lượng mẫu thử vào bình chứa thích hợp. Dùng xyranh (4.5) thêm một thể tích chính xác metanol (3.2) vào bình, lắc để hòa tan mẫu thử. Làm khô xyranh, sau đó dùng xyranh lấy dung dịch từ bình chứa chuyển sang bình chuẩn độ (4.1) đã chuẩn bị trước như trong 6.3. Lặp lại quá trình này thêm một lần với một thể tích chính xác metanol (3.2), chuyển phần dịch rửa này vào bình chuẩn độ và tiến hành chuẩn độ ngay.

Xác định hàm lượng nước (tính theo miligam) trong lượng dung môi bằng lượng đã dùng để hòa tan mẫu và tráng rửa bình đựng mẫu cùng xyranh, lấy hàm lượng nước thu được khi chuẩn độ mẫu thử (tính theo miligam) trừ đi hàm lượng nước trong dung môi, để thu được hàm lượng nước thực có trong mẫu.

6.2 Chuẩn hoá thuốc thử

Cho một lượng metanol (3.2) vào bình chuẩn độ (4.1) đủ ngập điện cực, thêm vừa đủ thuốc thử Karl Fischer (3.1) để tạo màu đặc trưng hoặc tạo ra dòng điện trực tiếp là $100 \mu\text{A} \pm 50 \mu\text{A}$ tại điện áp khoảng 200 mV.

CHÚ THÍCH: Metanol tinh khiết có thể làm detector trở nên quá nhạy, nhất là tại mức hàm lượng nước (mg/kg) thấp, làm phản ánh sai mức độ khan của mẫu và làm chậm hồi phục sau mỗi lần thêm thuốc thử. Điều này làm chậm tốc độ chuẩn độ và có thể làm hệ thống nhiễm ẩm từ môi trường khi quá trình chuẩn độ kéo dài. Do đó, thêm cloroform hoặc dung môi không dẫn điện tương tự sẽ làm giảm độ nhạy của detector và cải thiện quá trình phân tích.

Để xác định hàm lượng nước rất nhỏ (dưới 1 %), thêm nhanh 25 μl (25 mg) nước tinh khiết bằng xyranh 25 μl hoặc 50 μl (4.5) và chuẩn độ đến điểm kết thúc.

Tính hệ số đương lượng nước, F , bằng miligam nước trên mỗi mililit thuốc thử, theo công thức:

$$F = 25/V$$

Trong đó: V là thể tích của thuốc thử Karl Fischer đã dùng trong lần chuẩn độ thứ hai, tính theo mililit (ml).

TCVN 8900-1:2012

Để xác định chính xác một lượng nước đáng kể (trên 1 %), thêm nhanh một lượng nước tinh khiết từ 25 mg đến 250 mg (25 µl đến 250 µl), sử dụng pipet (4.3) hoặc xyranh (4.5) hay micropipet (4.4) đã được chuẩn hóa trước, lượng nước sử dụng được quyết định bởi nồng độ của thuốc thử và thể tích buret. Chuẩn độ đến điểm kết thúc.

Tính hệ số đương lượng nước, F , bằng miligam nước trên mỗi mililit thuốc thử, theo công thức:

$$F = W/V$$

Trong đó:

W là khối lượng của nước, tính theo miligam (mg);

V là thể tích của thuốc thử Karl Fischer đã dùng, tính theo mililit (ml).

6.3 Cách tiến hành

Chuyển từ 35 ml đến 40 ml metanol (3.2) vào bình chuẩn độ (4.1), trừ khi có quy định khác và chuẩn độ bằng thuốc thử Karl Fischer (3.1) đến điểm kết thúc xác định được bằng mắt thường hoặc bằng đo điện thế để phản ứng hết với lượng nước có thể có (thể tích không được dùng trong phép tính kết quả).

Cho nhanh mẫu thử đã chuẩn bị (xem 6.1) vào cốc, khuấy đều và chuẩn độ tiếp bằng thuốc thử Karl Fischer (3.1) tới điểm kết thúc xác định bằng mắt thường hoặc bằng đo điện thế.

7 Tính kết quả

Hàm lượng nước có trong mẫu, X , tính bằng phần trăm khối lượng (%), được tính theo công thức sau:

$$X = \frac{S \times F}{w} \times 100$$

Trong đó:

S là thể tích của thuốc thử Karl Fischer đã dùng trong lần chuẩn độ thứ hai, tính bằng mililit (ml);

F là hệ số đương lượng nước của thuốc thử Karl Fischer, tính bằng miligam trên mililit (mg/ml);

w là khối lượng mẫu thử, tính bằng miligam (mg).

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.
-