

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 8900-8 : 2012

Xuất bản lần 1

**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**
*Food additives. Determination of inorganic components -
Part 8: Measurement of lead and cadmium
by graphite furnace atomic absorption spectrometry*

HÀ NỘI - 2012

Lời nói đầu

TCVN 8900-8:2012 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 8900-8:2012 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 8: Định lượng chì và cadimi bằng đo phổ
hấp thụ nguyên tử dùng lò graphit

*Food additives – Determination of inorganic components –
Part 8: Measurement of lead and cadmium
by graphite furnace atomic absorption spectrometry*

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng chì và cadimi trong phụ gia thực phẩm bằng đo phổ hấp thụ nguyên tử dùng lò graphit (GF-AAS).

CHÚ THÍCH: Các nguyên tố cadimi và chì trong dung dịch cũng có thể được xác định bằng phương pháp AAS ngọn lửa thông thường (xem TCVN 8900-6:2012) hoặc bằng phương pháp plasma cảm ứng cao tần (xem TCVN 8900-7:2012). Việc lựa chọn phương pháp 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.

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 mẫu thử bằng phương pháp GF-AAS với 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

3.1.1 Dung dịch chuẩn gốc

Sử dụng các dung dịch chuẩn bán sẵn trên thị trường, pha loãng bằng dung dịch axit nitric 1 % để thu

TCVN 8900-8:2012

được các dung dịch chuẩn sau:

- a) Dung dịch chuẩn cadimi, 10 µg/ml;
- b) Dung dịch chuẩn chì, 100 µg/ml.

3.1.2 Dung dịch chuẩn trung gian A

Dùng pipet lấy chính xác 25 ml dung dịch chuẩn chì và 10 ml dung dịch chuẩn cadimi (3.1.1) vào bình định mức 100 ml (4.4) rồi thêm nước đến vạch.

Dung dịch chuẩn trung gian A có nồng độ chì 25 µg/ml và nồng độ cadimi 1,0 µg/ml.

3.1.3 Dung dịch chuẩn trung gian B

Dùng pipet lấy chính xác 10 ml dung dịch chuẩn trung gian A (3.1.2) vào bình định mức 100 ml (4.4) rồi thêm nước đến vạch.

Dung dịch chuẩn trung gian B có nồng độ chì 2,5 µg/ml và nồng độ cadimi 0,1 µg/ml.

3.1.4 Dung dịch chuẩn trung gian C

Dùng pipet lấy chính xác 10 ml dung dịch chuẩn trung gian B (3.1.3) vào bình định mức 100 ml (4.4) rồi thêm nước đến vạch.

Dung dịch chuẩn trung gian C có nồng độ chì 250 ng/ml và nồng độ cadimi 10 ng/ml.

3.1.5 Dung dịch chuẩn làm việc

Dùng pipet lấy chính xác 10 ml dung dịch chuẩn trung gian C (3.1.4) vào bình định mức 100 ml (4.4) rồi thêm nước đến vạch.

Dung dịch chuẩn làm việc có nồng độ chì 25 ng/ml và nồng độ cadimi 1,0 ng/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 nitric, 1 %.

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 Dung dịch bổ chính nền

CHÚ THÍCH: Khi dùng dung dịch bổ chính nền trong nguyên tử hóa bằng lò graphit, có thể tro hóa ở nhiệt độ cao hơn, giúp giảm hấp thụ nền.

Có thể dùng một trong các dung dịch sau đây:

- a) Dung dịch paladi, từ 1 000 µg/l đến 2 000 µg/l;
- b) Dung dịch axit ascorbic, 5 000 µg/l;
- c) Dung dịch amoni dihydrophosphat, 5 000 µg/l;
- d) Dung dịch axit ortophosphoric, 1 000 µg/l.

4 Thiết bị, dụng cụ

Mọi dụng cụ thử phải được làm sạch hoàn toàn bằng hỗn hợp axit loãng nóng [axit clohydric (3.3) : axit nitric đặc (3.5) : nước = 1 : 1 : 3], sau đó rửa sạch bằng nước ngay 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:

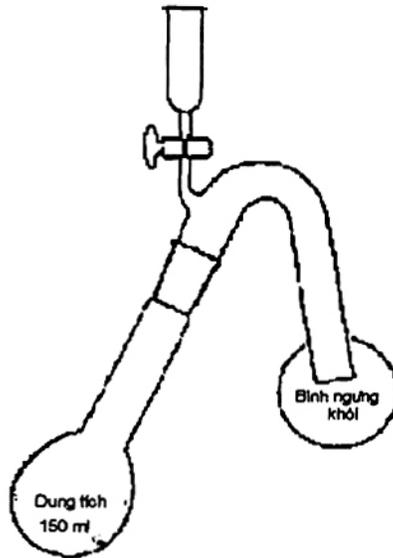
4.1 Cân phân tích, có thể cân chính xác đến 0,1 mg.

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 mài 24 như Hình 1. Phần cổ bình được nối vào bình ngưng khói và có phễu cùng với khoá qua đó có thể đưa thuốc thử vào bình.

4.3 Thiết bị đo phổ hấp thụ nguyên tử, được trang bị lò graphit, có thể hoạt động ở bước sóng 228,8 nm và 283,3 nm.

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

4.5 Pipet.



Hình 1 – Bình Kjeldahl cải tiến (kiểu hờ)

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 dung dịch mẫu 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), thêm nước đến vạch và trộn.

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

6.2 Điều kiện vận hành thiết bị

Điều kiện chung của thiết bị đo phổ hấp thụ nguyên tử (4.3) được quy định trong Bảng 1.

Bảng 1 – Điều kiện chung của thiết bị đo phổ hấp thụ nguyên tử

Nguyên tố	Bước sóng, nm	Khe sáng, nm	Khí	Điều kiện tro hóa		Nhiệt độ nguyên tử hóa, °C
				Nhiệt độ tối đa khí không có bổ chính nền, °C	Khí sử dụng khí có bổ chính nền	
Cadimi	228,8	0,5	Argon	300	Argon	1800
Chì	283,3	0,5	Argon	400	Argon	2100

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 đó, cần điều chỉnh thiết bị theo hướng dẫn sử dụng của nhà sản xuất.

6.3 Xác định

Đặt mẫu trắng [dung dịch axit nitric 1 % (3.7)], dung dịch chuẩn làm việc (3.1.5), dung dịch bổ chính nền thích hợp (nếu cần) và các dung dịch mẫu thử vào các vị trí trong khay lấy mẫu tự động của lò graphit. Thiết lập các thông số của lò theo hướng dẫn của nhà sản xuất để bơm mẫu lặp 3 lần.

TCVN 8900-8:2012

Làm sạch ống graphit và bơm mẫu trắng. Cài đặt chương trình cho bộ bơm mẫu tự động để bơm 5, 10, 15, 20 µl dung dịch chuẩn làm việc (3.1.5), 5 µl dung dịch bổ chính nền (3.11) và còn lại là dung dịch mẫu trắng [dung dịch axit nitric 1 % (3.7)] để được tổng thể tích 25 µl.

Dùng đường chuẩn biểu diễn độ hấp thụ theo diện tích pic hoặc chiều cao pic.

Bơm 10 µl dung dịch mẫu thử và ghi lại số đọc trên thiết bị.

7 Tính kết quả

Hàm lượng của mỗi nguyên tố trong mẫu thử, X_i , được tính theo miligam trên kilogam (mg/kg) theo công thức sau:

$$X_i = \frac{R_i \times V}{V_1 \times w}$$

Trong đó:

R_i là số đọc trên thiết bị khi bơm dung dịch mẫu thử, tính bằng nanogam (ng);

V_1 là thể tích dung dịch mẫu thử được bơm vào lò graphit, tính bằng microlit (µl). Trong trường hợp này, $V_1 = 10 \mu\text{l}$;

V là thể tích của bình định mức khi chuẩn bị dung dịch mẫu thử (xem 6.1), tính bằng mililit (ml). Trong trường hợp này, $V = 50 \text{ ml}$;

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

8 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;
 - mọi chi tiết thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này, hoặc tùy chọn cùng với các chi tiết bất thường khác có thể ảnh hưởng đến kết quả;
 - mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu thử.
-