TCVN TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 7853:2008

Xuất bản lần 1

THỰC PHẨM – XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG SACARIN BẰNG PHƯƠNG PHÁP CỰC PHỔ XUNG VI PHÂN

Foodstuffs – Determination of saccharin content by differential pulse polarographic method

HÀ NỘI - 2008

Lời nói đầu

TCVN 7853:2008 được xây dựng trên cơ sở AOAC 980.18 *Saccharin in Food. Differential Pulse Polarographic Method.*

TCVN 7853:2008 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn TCVN/TC/F13 *Phương pháp phân tích và lấy mẫu* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Xuất bản lần 1

Thực phẩm – Xác định hàm lượng sacarin bằng phương pháp phân tích cực phổ xung vi phân

Foodstuffs – Determination of saccharin content by differential pulse polarographic method

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng sacarin trong thực phẩm bằng phương pháp phân tích cực phổ xung vi phân.

2 Thuốc thử

Trong quá trình phân tích, chỉ sử dụng thuốc thử tinh khiết phân tích và nước cất hoặc nước có chất lượng tương đương, trừ khi có qui định khác.

2.1 Chất nền điện phân

Cho 8,2 ml axit clohydric (2.2), 5,8 g natri clorua (2.3) và 1,0 g tetrabutylamoni bromua (2.4) vào bình định mức 1 lít (3.4) có chứa 500 ml nước. Thêm nước đến vạch và trộn.

2.2 Axit clohydric (HCl).

2.3 Natri clorua (NaCl).

2.4 Tetrabutylamoni bromua (TBAB).

2.5 Metanol.

2.6 Natri sacarin chuẩn, $C_7H_4NNaO_3S.2H_2O$

Hàm lượng nước trong dung dịch chuẩn có thể thay đổi. Xác định hàm lượng nước bằng phương pháp chuẩn độ Karl Fischer (AOAC 966.20 *Moisture in Liquid Molasses*), sacarin được dùng để thay thế cho mật đường và tính phần trăm $C_7H_4NNaO_3S$. Hoà tan 100/X g natri sacarin chuẩn, trong đó *X* là phần

trăm $C_7H_4NNaO_3S$ có trong dung dịch chuẩn, vào khoảng 300 ml nước đựng trong bình định mức 1 lít (3.4), pha loãng bằng nước đến vạch và trộn.

2.7 Diatomit, xelit 545 được rửa bằng axit hoặc loại tương đương, thường là thích hợp cho sắc ký cột. Khi có mặt các chất gây nhiễu thì tinh sạch như sau: Đặt một lớp đệm bằng bông thuỷ tinh vào đáy ống sắc ký có đường kính lớn hơn hoặc bằng 100 mm và bổ sung lớp diatomit dày gấp 5 lần đường kính ống. Thêm một thể tích axit clohydric (2.2) bằng 1/2 thể tích của diatomit và để yên cho thấm qua. Rửa bằng metanol (2.5), đầu tiên dùng các thể tích nhỏ để tráng thành ống, rồi tráng tiếp cho đến khi nước rửa trung tính với giấy chỉ thị đã được làm ẩm, sau đó chuyển sang các đĩa nông, cho gia nhiệt trên nồi hơi (3.5) để loại bỏ metanol và sấy khô ở 105 °C cho đến khi lượng chứa trên đĩa trở thành dạng bột và không còn chứa metanol. Bảo quản trong hộp đựng kín.

2.8 Clorofom bão hoà nước, $CHCl_3$.

2.9 Natri hydroxit (NaOH), 0,1 M.

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 Máy đo cực phổ, có bộ khống chế thời gian nhỏ giọt và 3 điện cực.

3.2 Điện cực

Điện cực giọt thuỷ ngân (DME), điện cực calomen bão hoà (SCE) và điện cực phụ trợ dây Pt.

3.4 Bình định mức ,1 l.

3.5 Nồi hơi.

3.6 Pipet.

3.7 Cốc có mỏ, dung tích 100 ml.

3.8 Đũa thuỷ tinh.

3.9 Bình tam giác (Erlenmeyer), dung tích 50 ml.

3.10 Pipet Eppendorf.

4 Điều kiện

Dụng cụ khống chế thời gian nhỏ một giọt ≥ 1 s; chiều cao của cột thuỷ ngân 70 cm; dòng điện từ 5 µA đến 10 µA; biên độ xung 50 mV; tốc độ quét 5 mV/s; dải quét điện thế từ – 0,9 V đến – 1,4 V; máy ghi[1)].

5 Chuẩn bị mẫu thử

5.1 Sản phẩm dạng lỏng

Dùng pipet (3.6) lấy 2 ml mẫu thử cho vào cốc có mỏ 100 ml (3.7) và thêm 1 ml axit clohydric (2.2).

5.2 Sản phẩm dạng bán rắn và rắn

Cân phần mẫu thử đại diện, thêm đủ nước (được cân hoặc dùng pipet lấy chính xác) đến khi thu được huyền phù mịn, đồng nhất hoặc dạng đặc quánh. Trộn hoặc đồng hoá. Cân 2,0 g huyền phù cho vào cốc có mỏ 100 ml (3.7) và thêm 1 ml axit clohydric (2.2).

6 Cách tiến hành

Cân 5 g diatomit cho vào 5.1 hoặc 5.2 và dùng đũa thuỷ tinh (3.8) để khuấy đều. Chuyển toàn bộ hỗn hợp sang một cột sắc ký có đường kính trong 25,4 mm có nút bông thuỷ tinh và để cho hỗn hợp nén chặt. "Rửa khô" cốc có mỏ bằng khoảng 1 g diatomit, cho vào cột và cho nén chặt. Đặt miếng gạc bằng bông thuỷ tinh lên đỉnh cột diatomit. Rửa giải bằng 40 ml clorofom bão hoà nước (2.8) và thu lấy dịch rửa giải vào bình tam giác 50 ml (3.9). Cho clorofom bay hơi ở nhiệt độ phòng bằng dòng không khí. Dùng pipet (3.6) lấy đủ lượng natri hydroxit 0,1 M (2.9) cho vào bình tam giác để có nồng độ sacarin khoảng 50 µg/ml. Đậy nắp và xoay bình để hoà tan hết cặn. Dán nhãn dung dịch này "Dung dịch thử nghiệm".

7 Phân tích cực phổ

Cho 15 ml chất nền điện phân (2.1) vào ngăn đo cực phổ và sục khí nitơ qua dung dịch trong 5 min. Điều chỉnh khoá sao cho khí nitơ thổi khắp dung dịch và đo cực phổ.

Dùng pipet (3.6) lấy 2 ml "Dung dịch thử nghiệm" cho vào ngăn đo cực phổ có chứa chất nền điện phân ở trên, sục khí nitơ qua dung dịch trong 1 min và đo cực phổ chính xác như trên.

Dùng pipet Eppendorf (3.10) thêm các thể tích đã biết (100 µl) của dung dịch chuẩn sacarin vào phần mẫu thử trong ngăn đo cực phổ. Các lượng dung dịch chuẩn thêm vào phải lớn gấp 1 lần, 2 lần, ...lượng sacarin có mặt trong mẫu thử và mỗi lượng thêm vào không được thay đổi đáng kể thể tích ban đầu. Sau khi thêm các dung dịch chuẩn, sục khí nitơ qua dung dịch trong 1 min và đo cực phổ chính xác như trên. Vẽ đồ thị các lượng dung dịch chuẩn thêm vào trên trục x và µA trên trục y. Ngoại suy đường tuyến tính với trục x để thu được lượng natri sacarin trong ngăn phân tích.

[1)] Có thể sử dụng máy ghi X-Y Model 2000 của hãng Houston Omnigraphic hoặc loại tương đương.

8 Tính toán

Tính natri sacarin ($C_7H_4NNaO_3S$) trong phần mẫu thử, theo công thức sau đây:

% (khối lượng/khối lượng) = µg (từ đường bổ sung chuẩn)

$$\frac{2}{D+E}\times\frac{2}{B}=\frac{4}{(D+E)\times B}=\frac{\frac{x\times 10^{6}}{4}}{(D\times E)\times B}\times 10^{-2}=\frac{x\times(D+E)\times B\times 10^{-4}}{4}$$

% (khối lượng/thể tích) = µg (từ đường bổ sung chuẩn)

$$\frac{B\times 10^{-4}}{4}$$

trong đó

E là lượng nước được bổ sung vào phần mẫu thử, tính bằng gam;

B là lượng dung dịch natri hydroxit 0,1 M được bổ sung vào cặn sau khi bay hơi hết clorofom, tính bằng mililit;

D là phần mẫu thử ban đầu, tính bằng gam.

9 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải bao gồm ít nhất các thông tin dưới đây:

- mọi thông tin cần thiết để nhận biết hoàn toàn mẫu thử;
- viện dẫn tiêu chuẩn này hoặc phương pháp đã sử dụng;
- kết quả và đơn vị biểu thị kết quả;
- ngày tháng lấy mẫu và kiểu loại lấy mẫu (nếu có);
- ngày tháng nhận mẫu phòng thử nghiệm;
- ngày tháng thử nghiệm;
- các điểm đặc biệt quan sát được trong quá trình thử nghiệm;
- mọi thao tác không qui định trong tiêu chuẩn này, hoặc được coi là tuỳ chọn, cùng với các chi tiết của sự cố bất kỳ mà có thể ảnh hưởng đến kết quả.