

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 8896:2012

Xuất bản lần 1

**DẦU MỠ ĐỘNG VẬT VÀ THỰC VẬT –
XÁC ĐỊNH TERT-BUTYL HYDROQUINON (TBHQ)
BẰNG PHƯƠNG PHÁP QUANG PHỔ**

*Animal and vegetable fats and oils –
Determination of tert-butyl hydroquinone (TBHQ)
by spectrophotometric method*

HÀ NỘI – 2012

Lời nói đầu

TCVN 8896:2012 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.

Dầu mỡ động vật và thực vật – Xác định tert-butyl hydroquinon (TBHQ) bằng phương pháp quang phổ

Animal and vegetable fats and oils – Determination of tert-butyl hydroquinone (TBHQ) by spectrophotometric method

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định chất chống oxy hoá tert-butyl hydroquinon (TBHQ) trong dầu mỡ động vật và thực vật.

Giới hạn định lượng của phương pháp này là 0,10 mg/kg.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi, bổ sung (nếu có).

TCVN 6128 (ISO 661), *Dầu mỡ động vật và thực vật – Chuẩn bị mẫu thử*.

3 Nguyên tắc

3-metyl-2-benzothiazolinon hydrazone hydrochlorua (MBTH) bị oxi hoá bởi amoni ceri(IV) sulfat tạo ra sản phẩm trung gian, sản phẩm này kết hợp với TBHQ tạo ra một hợp chất màu, chất này được xác định bằng phương pháp đo quang tại bước sóng 500 nm.

4 Thuốc thử

Chỉ sử dụng các thuốc thử loại tinh khiết phân tích và nước cất hai lần hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

TCVN 8896:2012

4.1 Dung dịch 3-metyl-2-benzothiazolinon hydrazon hydroclorua (MBTH), 0,2 %

Hoà tan 0,2 g MBTH trong nước đựng trong cốc có mỏ 50 ml, chuyển sang bình định mức 100 ml và thêm nước đến vạch.

4.2 Dung dịch amoni ceri(IV) sulfat, 1 %

Hoà tan 1 g amoni ceri(IV) sulfat dihydrat $[(\text{NH}_4)_4\text{Ce}(\text{SO}_4)_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$ trong nước đựng trong cốc có mỏ 50 ml, chuyển sang bình định mức 100 ml và thêm nước đến vạch.

4.3 Dung dịch chuẩn tert-butyl hydroquinon (TBHQ), 50 µg/ml

Cân 0,050 g TBHQ, chính xác đến 0,01 mg, cho vào cốc có mỏ 100 ml và hoà tan trong 50 ml etanol (4.6), chuyển sang bình định mức 1 000 ml rồi thêm nước đến vạch.

Dung dịch này bền trong 1 tháng khi được bảo quản trong tủ lạnh ở 4 °C.

4.4 Cacbon tetraclorua.

CẢNH BÁO: Cacbon tetraclorua độc và phản ứng rất mạnh với các kim loại kiềm. Thực hiện các thao tác với cacbon tetraclorua trong tủ hút.

4.5 Canxi cacbonat.

4.6 Etanol tuyệt đối.

4.7 Dung dịch etanol 50 %

Cho 250 ml etanol tuyệt đối (4.6) vào ống đong 500 ml và thêm nước đến vạch.

5 Thiết bị, dụng cụ

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

5.1 Máy quang phổ tử ngoại khả kiến UV-VIS, có thể hoạt động ở bước sóng 500 nm.

5.2 Cân phân tích, có thể cân chính xác đến 0,01 mg.

5.3 Máy cất quay chân không.

5.4 Nồi cách thủy.

5.5 Bình định mức, dung tích 50 ml, 100 ml và 1 000 ml.

5.6 Bình nón, dung tích 250 ml.

5.7 **Cốc có mỏ**, dung tích 50 ml và 100 ml.

5.8 **Pipet**, dung tích 1 ml, 2 ml, 5 ml và 10 ml.

5.9 **Phễu lọc**, đường kính 10 cm.

5.10 **Giấy lọc**, đường kính 11 cm.

5.11 **Phễu chiết**, dung tích 250 ml.

6 Lấy mẫu

Mẫu gửi đến phòng thử nghiệm phải đúng là mẫu đại diện và không bị hư hỏng hoặc không bị biến đổi chất lượng trong quá trình vận chuyển hay bảo quản.

Việc lấy mẫu không quy định trong tiêu chuẩn này, nên lấy mẫu theo TCVN 2625 (ISO 5555) *Dầu mỡ động vật và thực vật – Lấy mẫu* ^[1].

7 Chuẩn bị mẫu thử

Chuẩn bị mẫu thử từ mẫu phòng thử nghiệm theo TCVN 6128 (ISO 661).

8 Cách tiến hành

8.1 Xây dựng đường chuẩn

8.1.1 Chuẩn bị dãy mẫu chuẩn

Lấy 6 bình định mức 50 ml (5.5) và tiến hành như sau:

	Bình 1	Bình 2	Bình 3	Bình 4	Bình 5	Bình 6
Dung dịch chuẩn TBHQ 50 µg/ml (4.3), ml	0	1	2	4	5	10
Dung dịch amoni ceri(IV) sulfat 0,1 % (4.2), ml	5					
Dung dịch MBTH 0,2 % (4.1), ml	10					
Nước, ml	20	19	18	16	15	10
Thời gian đun cách thủy ở nhiệt độ từ 95 °C đến 100 °C, min	10					
Định mức bằng etanol (4.6)	đến 50 ml					
Nồng độ TBHQ tương ứng trong các bình, µg/ml	0	1	2	4	5	10

TCVN 8896:2012

8.1.2 Dụng đường chuẩn

Đo độ hấp thụ quang của dãy dung dịch chuẩn chứa TBHQ trong các bình từ bình 2 đến bình 6 trên máy quang phổ UV-VIS (5.1), ở bước sóng 500 nm, với dung dịch trong bình 1 làm mẫu trắng (dung dịch đối chứng).

Dụng đường chuẩn biểu thị mối tương quan giữa độ hấp thụ quang A và nồng độ C ($\mu\text{g/ml}$) của các dung dịch chuẩn tương ứng.

8.2 Xác định

Cân khoảng 10 g phần mẫu thử đã chuẩn bị (Điều 7), chính xác đến 0,1 mg, cho vào bình nón dung tích 250 ml (5.6). Hoà tan phần mẫu thử bằng 50 ml cacbon tetraclohua (4.4), lọc qua giấy lọc (5.10), nếu cần.

Chiết 3 lần, mỗi lần dùng 30 ml etanol 50 % (4.7). Thu gộp toàn bộ dịch chiết ở phía trên và cô dịch chiết cho đến khi còn khoảng 5 ml bằng máy cất quay chân không (5.3) ở nhiệt độ từ 95 °C đến 100 °C hoặc cô dịch chiết trên nồi cách thuỷ (5.4).

Chuyển phần dịch chiết đã cô vào bình định mức 100 ml (5.5), dùng etanol tuyệt đối (4.6) để tráng dụng cụ đựng dịch chiết và chuyển dịch tráng vào bình định mức. Thêm 1 g canxi cacbonat (4.5) vào bình định mức 100 ml, lắc đều rồi thêm etanol tuyệt đối (4.6) đến vạch. Để lắng rồi lọc qua giấy lọc khô (5.10), thu được dịch lọc A.

Lấy 5 ml dịch lọc A cho vào bình định mức 50 ml (5.5) rồi thực hiện như đối với bình 5 trong bước chuẩn bị dãy màu chuẩn (8.1.1) nhưng thay 5 ml dung dịch chuẩn bằng 5 ml dịch lọc A.

Đo độ hấp thụ quang A_x của dung dịch này ở bước sóng 500 nm với mẫu trắng là bình 1 (xem 8.1.1).

9 Tính kết quả

Hàm lượng TBHQ trong mẫu thử, X, tính bằng miligam trên kilogam (mg/kg) theo công thức (1):

$$X = \frac{C_x \times V}{m} \times \frac{V_0}{V_1} \quad (1)$$

Trong đó:

C_x là nồng độ TBHQ trong dịch lọc A, được xác định từ đường chuẩn theo độ hấp thụ quang A_x , tính bằng microgam trên mililit ($\mu\text{g/ml}$);

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

V là thể tích bình định mức chứa dung dịch màu để đo quang, tính bằng mililit (trong trường hợp này $V = 50$ ml);

V_0 là thể tích dịch chiết thu được, tính bằng mililit ($V_0 = 100$ ml);

V_1 là thể tích dịch lọc dùng để đo quang, tính bằng mililit ($V_1 = 5$ ml).

Tiến hành phân tích trên hai mẫu thử song song với 2 lần cân mẫu riêng biệt. Hai kết quả thu được không được lệch quá 4 % so với trị giá trung bình.

CHÚ THÍCH 1: Khi A_x đo được vượt ra ngoài đường chuẩn (A_x nhỏ hơn A_2 hoặc lớn hơn A_6) thì khi chuẩn bị dung dịch thử để đo quang phải tăng hay giảm thể tích dịch lọc A, đồng thời điều chỉnh thể tích nước cất phải cho thêm vào cho đủ 35 ml.

CHÚ THÍCH 2: Trong trường hợp máy quang phổ có phần mềm cho phép tự động lập đường chuẩn và tính kết quả mẫu đo, thì tiến hành theo hướng dẫn của máy. Trường hợp không có phần mềm tự động lập đường chuẩn và tính kết quả thì sau khi đo được các độ hấp thụ của các dung dịch mẫu chuẩn và dung dịch thử, có thể làm tiếp theo một trong 2 cách sau:

a) Dùng phần mềm Excel lập phương trình bậc 1 của đường chuẩn:

$$A = a + b \times C$$

Trong đó:

A là độ hấp thụ;

C là nồng độ TBHQ

Hệ số hồi quy, r^2 , phải trong khoảng từ 1 đến 0,999.

Nồng độ TBHQ trong dịch lọc A:

$$C_x = (A_x - a) / b$$

b) Vẽ đường chuẩn với trục tung là A, trục hoành là C, sau khi nối các điểm chuẩn phải thu được đường thẳng không gãy gập. Dựa vào đồ thị, xác định C_x theo A_x .

10 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ:

- mọi thông tin cần thiết về nhận biết đầy đủ về mẫu thử;
- phương pháp lấy mẫu đã sử dụng, nếu biết;
- phương pháp thử đã sử dụng, viện dẫn tiêu chuẩn này;
- mọi điều kiện thao tác không qui định trong tiêu chuẩn này, hoặc được xem là tùy ý, cùng với mọi tình huống bất thường có thể ảnh hưởng đến kết quả;
- kết quả thử nghiệm thu được.

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] TCVN 2625 (ISO 5555), *Dầu mỡ động vật và thực vật – Lấy mẫu.*
 - [2] 52 TCN - TQTP 0011:2005, *Thường quy kỹ thuật xác định tert-butyl hydroquinon (TBHQ) trong thực phẩm bằng phương pháp đo quang*, ban hành theo Quyết định số 31/2005/QĐ-BYT ngày 27 tháng 10 năm 2005 của Bộ trưởng Bộ Y tế.
 - [3] C. S. James, *Analytical chemistry of foods*, Alden Press/Great Britain, 1995, p.159-160.
-