

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 8908:2011

EN 1134:1994

Xuất bản lần 1

**NƯỚC RAU QUẢ – XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG
NATRI, KALI, CANXI VÀ MAGIE BẰNG
ĐO PHỔ HẤP THỤ NGUYÊN TỬ (AAS)**

*Fruit and vegetable juices – Determination of sodium, potassium,
calcium and magnesium content by atomic absorption spectrometry (AAS)*

HÀ NỘI – 2011

Lời nói đầu

TCVN 8908:2011 hoàn toàn tương đương với EN 1134:1994;

TCVN 8908:2011 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC/F10 *Rau quả và sản phẩm rau quả* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Nước rau quả – Xác định hàm lượng natri, kali, canxi và magie bằng đo phổ hấp thụ nguyên tử (AAS)

Fruit and vegetable juices – Determination of sodium, potassium, calcium and magnesium content by atomic absorption spectrometry (AAS)

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định hàm lượng natri, kali, canxi và magie trong nước rau quả và các sản phẩm có liên quan bằng đo phổ hấp thụ nguyên tử (AAS).

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 4851 (ISO 3696), *Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử*.

ISO 5725:1986*, *Precision of test methods – Determination of repeatability and reproducibility for a standard test method by inter-laboratory tests*.

3 Ký hiệu

Trong tiêu chuẩn này sử dụng các ký hiệu sau đây:

c là nồng độ chất;

ρ là nồng độ khối lượng.

* ISO 5725:1986 hiện nay đã hủy, được thay bằng ISO 5725 (gồm có 6 phần) và đã được biên soạn thành bộ TCVN 6910 (gồm có 6 phần).

4 Nguyên tắc

Hàm lượng natri, kali, canxi và magie được xác định bằng đo phổ hấp thụ nguyên tử (AAS) trên mẫu thử đã pha loãng. Trong các mẫu có chứa hàm lượng thịt quả cao, thì hàm lượng canxi xác định được sau khi tro hóa. Để tránh ion hóa từng phần các kim loại trong ngọn lửa, thì bổ sung xezi clorua khi xác định natri và kali, còn khi xác định canxi và magie thì bổ sung lantan làm chất điều chỉnh phức.

5 Thuốc thử

5.1 Yêu cầu chung

Sử dụng các thuốc thử loại tinh khiết phân tích và nước loại 2 nêu trong TCVN 4861 (ISO 3696).

Các chất chuẩn và dung dịch hiệu chuẩn phải được bảo quản trong chai polyetylen.

5.2 Dung dịch chuẩn natri, $\rho(\text{Na}^+) = 1 \text{ g/l}$. Có thể sử dụng dung dịch chuẩn natri bán sẵn trên thị trường. Hoặc chuẩn bị dung dịch này như sau: hòa tan 2,542 g natri clorua khô (NaCl) trong nước và thêm nước đến vạch của bình định mức 1 lít.

5.3 Dung dịch chuẩn kali, $\rho(\text{K}^+) = 1 \text{ g/l}$. Có thể sử dụng dung dịch chuẩn kali bán sẵn trên thị trường. Hoặc chuẩn bị dung dịch này như sau: hòa tan 4,813 g kali hydro tartrat ($\text{C}_4\text{H}_5\text{KO}_6$) trong nước và thêm nước đến vạch của bình định mức 1 lít.

5.4 Dung dịch chuẩn canxi, $\rho(\text{Ca}^{++}) = 1 \text{ g/l}$. Có thể sử dụng dung dịch chuẩn canxi bán sẵn trên thị trường. Hoặc chuẩn bị dung dịch này như sau: hòa tan 2,5 g canxi cacbonat (CaCO_3) trong một lượng đủ axit clohydric (5.8) và thêm nước đến vạch của bình định mức 1 lít.

5.5 Dung dịch chuẩn magie, $\rho(\text{Mg}^{++}) = 1 \text{ g/l}$. Có thể sử dụng dung dịch chuẩn Magie bán sẵn trên thị trường. Hoặc chuẩn bị dung dịch này như sau: hòa tan 8,3646 g magie clorua ($\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) trong một lượng đủ axit clohydric (5.8) và thêm axit này đến vạch của bình định mức 1 lít.

5.6 Dung dịch gốc xezi clorua, $\rho(\text{CsCl}) = 40 \text{ g/l}$. Hòa tan 40 g xezi clorua (CsCl) trong nước và thêm nước đến vạch của bình định mức 1 lít.

5.7 Dung dịch gốc lantan, $\rho(\text{La}^{3+}) = 50 \text{ g/l}$. Làm ướt 58,6 g lantan oxit, La_2O_3 bằng nước trong cốc có mỏ 400 ml và thêm cẩn thận 100 ml axit clohydric $\rho(\text{HCl}) = 370 \text{ g/l}$ cho đến khi hòa tan hết lantan oxit. Chuyển sang bình định mức một lít và thêm nước đến vạch.

Có thể sử dụng lantan clorua để chuẩn bị dung dịch này. Khi đó, hòa tan 134 g $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ trong nước và thêm nước đến vạch của bình định mức 1 lít.

5.8 Dung dịch axit clohydric, $\rho(\text{HCl}) = 100 \text{ g/l}$.

6 Thiết bị, dụng cụ

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

6.1 Máy đo phổ hấp thụ nguyên tử, có đầu đốt dùng không khí/axetylen.

6.2 Đèn catốt rỗng dùng cho natri.

6.3 Đèn catốt rỗng dùng cho kali.

6.4 Đèn catốt rỗng dùng cho canxi.

6.5 Đèn catốt rỗng dùng cho magie.

6.6 Pipet thử nghiệm enzym, được chia độ theo thân pipet, có đầu tip phân phối dài không chia vạch.

6.7 Pipet có độ chính xác tương đương với 6.6 (để thay thế cho 6.6), ví dụ: pipet mao quản dạng pittong.

7 Cách tiến hành

7.1 Chuẩn bị mẫu thử

Thông thường các sản phẩm không cần phải xử lý trước và việc phân tích bằng phương pháp này dựa theo thể tích, do đó, kết quả phải được biểu thị theo lít mẫu thử. Khi phân tích các sản phẩm cô đặc có thể được tiến hành dựa theo thể tích sau khi được pha loãng đến một tỷ trọng đã biết. Trong trường hợp này, phải đưa ra được tỷ trọng tương đối. Khi phép phân tích tính dựa theo khối lượng mẫu thử thì phải tính đến hệ số pha loãng, kết quả có thể được tính trên kilogam sản phẩm. Đối với các sản phẩm có độ nhớt cao và/hoặc có hàm lượng tế bào cao (ví dụ: thịt quả) thì phép xác định dựa theo khối lượng mẫu thử là quy trình thường được sử dụng.

Các mẫu thử trong và đục được sử dụng luôn mà không phải ly tâm trước. Các mẫu thử chứa hàm lượng thịt quả cao thì cần tro hóa trước khi xác định hàm lượng canxi. Lượng tro được hấp thụ vào 2 ml axit clohydric, $c(\text{HCl}) = 4 \text{ mol/l}$, rồi được chuyển định lượng sang bình chia vạch 50 ml và thêm nước đến vạch. Dung dịch pha loãng của mẫu thử tiếp theo được chọn sao cho nồng độ dự kiến Ca^{++} nằm trong dải tuyến tính với đường chuẩn. Hàm lượng lantan trong dung dịch cần đo đến 0,5 g/100 ml.

7.2 Phương pháp tiến hành

7.2.1 Yêu cầu chung

Cần chú ý đặc biệt về độ sạch của dụng cụ được sử dụng. Tất cả các dụng cụ thủy tinh được sử dụng phải được tráng kỹ bằng nước loại 2 nêu trong TCVN 4851 (ISO 3696).

TCVN 8908:2011

Để đo các chất chuẩn và dung dịch mẫu, sử dụng pipet dùng cho các phép thử enzym (6.6) hoặc loại tương đương (6.7) và các dụng cụ thủy tinh thích hợp dùng cho các thể tích nhỏ.

Khi pha loãng nước quả đục, thì cần lấy ít nhất là 1 ml.

Thực hiện hiệu chuẩn dụng cụ đối với mỗi dãy các phép thử.

Khi thực hiện phép xác định, cần đảm bảo rằng máy đo phổ hấp thụ nguyên tử được chỉnh cẩn thận đến bước sóng tối ưu và thực hiện các phép đo theo hướng dẫn của nhà sản xuất.

Nếu các bước xác định được thực hiện trong các phòng thử nghiệm khác nhau (ví dụ: phòng thử nghiệm chung và phòng đo) thì cần sử dụng cùng một mẻ nước để chuẩn bị cả dung dịch mẫu lẫn dung dịch đối chứng.

7.2.2 Xác định natri (bước sóng 589,0 nm)

7.2.2.1 Chuẩn bị dung dịch để cài đặt về zero

Chuẩn bị dung dịch xezi clorua, $\rho(\text{CsCl}) = 0,4 \text{ g}/100 \text{ ml}$ từ dung dịch gốc (5.6).

7.2.2.2 Chuẩn bị dung dịch đối chứng

Tùy thuộc vào hàm lượng natri dự kiến của mẫu, chuẩn bị khoảng từ 3 đến 5 dung dịch từ dung dịch chuẩn natri dùng cho mục đích hiệu chuẩn. Thêm dung dịch gốc xezi clorua $\rho(\text{CsCl}) = 0,4 \text{ g}/100 \text{ ml}$ vào các dung dịch cần đo.

7.2.2.3 Chuẩn bị dung dịch mẫu

Dung dịch pha loãng của mẫu được chọn sao cho hàm lượng natri dự kiến nằm trong dải tuyến tính với đường chuẩn. Thêm dung dịch gốc xezi clorua (5.6) $\rho(\text{CsCl}) = 0,4 \text{ g}/100 \text{ ml}$ vào các dung dịch cần đo.

7.2.3 Xác định kali (bước sóng 766,5 nm hoặc 769,9 nm)

7.2.3.1 Chuẩn bị dung dịch để cài đặt về zero

Chuẩn bị dung dịch xezi clorua, $\rho(\text{CsCl}) = 0,4 \text{ g}/100 \text{ ml}$ từ dung dịch gốc (5.6).

7.2.3.2 Chuẩn bị dung dịch đối chứng

Tùy thuộc vào các hàm lượng kali dự kiến của mẫu mà chuẩn bị khoảng từ 3 đến 5 dung dịch từ dung dịch chuẩn kali dùng cho mục đích hiệu chuẩn. Thêm dung dịch gốc xezi clorua (5.6) $\rho(\text{CsCl}) = 0,4 \text{ g}/100 \text{ ml}$ vào các dung dịch cần đo.

7.2.3.3 Chuẩn bị dung dịch mẫu

Dung dịch pha loãng của mẫu được chọn sao cho hàm lượng kali dự kiến nằm trong dải tuyến tính với đường chuẩn. Thêm dung dịch gốc xezi clorua (5.6) $\rho(\text{CsCl}) = 0,4 \text{ g/100 ml}$ vào các dung dịch cần đo.

7.2.4 Xác định canxi (bước sóng 422,7 nm)

7.2.4.1 Chuẩn bị dung dịch để cài đặt về zero

Chuẩn bị dung dịch lantan, $\rho(\text{La}^{3+}) = 0,5 \text{ g/100 ml}$ từ dung dịch gốc (5.7).

7.2.4.2 Chuẩn bị dung dịch đối chứng

Tùy thuộc vào các hàm lượng canxi dự kiến của mẫu, chuẩn bị khoảng từ 3 đến 5 dung dịch từ dung dịch chuẩn canxi dùng cho mục đích hiệu chuẩn. Thêm dung dịch gốc lantan (5.7), $\rho(\text{La}^{3+}) = 0,5 \text{ g/100 ml}$ vào các dung dịch cần đo.

7.2.4.3 Chuẩn bị dung dịch mẫu

Dung dịch pha loãng của mẫu (sau khi chuẩn bị mẫu, xem 7.1, nếu cần) được chọn sao cho hàm lượng canxi dự kiến nằm trong dải tuyến tính với đường chuẩn. Thêm dung dịch gốc lantan (5.7) $\rho(\text{La}^{3+}) = 0,5 \text{ g/100 ml}$ vào các dung dịch cần đo.

7.2.5 Xác định magie (bước sóng 285,2 nm)

7.2.5.1 Chuẩn bị dung dịch để cài đặt về zero

Chuẩn bị dung dịch lantan, $\rho(\text{La}^{3+}) = 0,5 \text{ g/100 ml}$ từ dung dịch gốc (5.7).

7.2.5.2 Chuẩn bị dung dịch đối chứng

Tùy thuộc vào các hàm lượng magie dự kiến có trong mẫu, chuẩn bị khoảng từ 3 đến 5 dung dịch từ dung dịch chuẩn magie với mục đích hiệu chuẩn. Thêm dung dịch gốc lantan (5.7), $\rho(\text{La}^{3+}) = 0,5 \text{ g/100 ml}$ vào các dung dịch cần đo.

7.2.5.3 Chuẩn bị dung dịch mẫu

Dung dịch pha loãng của mẫu được chọn sao cho hàm lượng magie dự kiến nằm trong dải tuyến tính với đường chuẩn. Thêm dung dịch gốc lantan (5.7) $\rho(\text{La}^{3+}) = 0,5 \text{ g/100 ml}$ vào các dung dịch cần đo.

8 Tính kết quả

Tính hàm lượng natri, kali, canxi hoặc magie từ đường chuẩn tương ứng với giá trị độ hấp thụ của dung dịch mẫu. Nếu thiết bị không có sẵn để chuyển đổi tự động độ hấp thụ sang nồng độ thì có thể đọc trực tiếp các giá trị nồng độ.

TCVN 8908:2011

Cần tính đến hệ số pha loãng và mối tương quan giữa giá trị với thể tích hoặc khối lượng. Nếu sản phẩm cô đặc được pha loãng đến nồng độ đơn, thì báo cáo tỷ trọng tương đối của mẫu có nồng độ đơn. Ghi lại hàm lượng natri, kali, canxi và magie bằng miligam trên lít mẫu thử, chính xác đến số nguyên miligam.

9 Độ chụm

Chi tiết của phép thử liên phòng thử nghiệm về độ chụm của phương pháp được nêu trong Phụ lục A. Các giá trị thu được từ phép thử liên phòng này có thể không áp dụng để phân tích các dải nồng độ và các chất nền mẫu khác với các dải nồng độ và các chất nền nêu trong Phụ lục A.

9.1 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử nghiệm riêng rẽ, thu được khi sử dụng cùng một phương pháp, trên vật liệu thử giống hệt nhau, do cùng một người phân tích, sử dụng cùng một thiết bị, trong một khoảng thời gian ngắn, không được quá 5 % các trường hợp vượt quá giá trị độ lặp lại r .

Các giá trị này là:

$$\text{natri: } r = 0,6 + 0,034 \rho \text{ mg/l}$$

$$\text{kali: } r = 0,0346 \rho \text{ mg/l}$$

$$\text{canxi: } r = 1,1 + 0,029 \rho \text{ mg/l}$$

$$\text{magie: } \rho \leq 40 \text{ mg/l : } r = 1,4 \text{ mg/l}$$

$$\rho > 40 \text{ mg/l : } r = 2,7 \text{ mg/l}$$

Trong đó: ρ là hàm lượng đo được (Điều 8), được tính theo giá trị trung bình từ hai kết quả riêng rẽ.

9.2 Độ tái lập

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử nghiệm riêng rẽ thu được khi tiến hành thử trên vật liệu thử giống hệt nhau, thực hiện trong hai phòng thử nghiệm khác nhau, không được quá 5 % các trường hợp vượt quá giá trị độ tái lập R .

Các giá trị này là:

$$\text{natri: } R = 1,6 + 0,120 \rho \text{ mg/l}$$

$$\text{kali: } R = 0,0864 \rho \text{ mg/l}$$

$$\text{canxi: } R = 2,2 + 0,116 \rho \text{ mg/l}$$

$$\text{magie: } R = 0,7 + 0,093 \rho \text{ g/l}$$

Trong đó: ρ là hàm lượng đo được (Điều 8), được tính theo giá trị trung bình từ hai kết quả riêng rẽ.

10 Báo cáo thử nghiệm

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

- mọi thông tin cần thiết nhận biết đầy đủ về mẫu thử (loại mẫu, nguồn gốc mẫu thử, tên gọi);
- viện dẫn tiêu chuẩn này;
- ngày lấy mẫu và qui trình lấy mẫu (nếu biết);
- ngày nhận mẫu;
- ngày thử nghiệm;
- các kết quả thu được và đơn vị biểu thị;
- độ lặp lại của phương pháp đã được kiểm tra;
- bất kỳ điểm ngoại lệ nào quan sát được trong khi thực hiện phép thử;
- mọi thao tác không qui định trong phương pháp hoặc tùy chọn mà có thể ảnh hưởng đến kết quả.

Phụ lục A

(Tham khảo)

Kết quả thống kê của phép thử liên phòng thử nghiệm

Các thông số sau đây đã xác định được trong phép thử liên phòng thử nghiệm phù hợp với ISO 5725:1986 (xem Thư mục tài liệu tham khảo). Phép thử này do Viện nghiên cứu Max von Pettenkofer của Tổ chức Y tế liên bang, Cục thực phẩm, Berlin, Đức tổ chức thực hiện.

Năm thực hiện phép thử liên phòng thử nghiệm: 1982

Số lượng phòng thử nghiệm tham gia: 30

Số lượng mẫu thử: 5

Bảng A.1 – Natri

Mẫu	A	B	C	D	E
Số lượng phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	27	28	24	24	25
Số lượng ngoại lệ (phòng thử nghiệm)	3	2	6	5	5
Số lượng kết quả được chấp nhận	137	144	126	123	130
Giá trị trung bình (\bar{x}) (mg/l)	3,1	13,4	24,8	64,4	92,1
Độ lệch chuẩn lặp lại (s_r) (mg/l)	0,2362	0,3250	0,5166	1,0102	1,2942
Độ lệch chuẩn tương đối lặp lại (RSD_r) (%)	7,62	2,43	2,08	1,57	1,42
Giới hạn lặp lại (r) (mg/l)	0,7	0,9	1,4	2,8	3,6
Độ lệch chuẩn tái lập (s_R) (mg/l)	0,6669	1,1344	1,6165	3,3066	4,4415
Độ lệch chuẩn tương đối tái lập (RSD_R) (%)	21,5	8,47	6,52	5,13	4,82
Giới hạn tái lập (R) (mg/l)	1,9	3,2	4,5	9,4	12,4

Bảng A.2 – Kali

Mẫu	A	B	C	D	E
Số lượng phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	26	26	24	24	23
Số lượng ngoại lệ (phòng thử nghiệm)	4	4	6	5	6
Số lượng kết quả được chấp nhận	135	133	123	123	118
Giá trị trung bình (\bar{x}) (mg/l)	2059	1179	704	1160	1458
Độ lệch chuẩn lặp lại (s_r) (mg/l)	24,225	14,393	8,452	15,310	21,641
Độ lệch chuẩn tương đối lặp lại (RSD_r) (%)	1,18	1,22	1,20	1,32	1,48
Giới hạn lặp lại (r) (mg/l)	68	40	24	43	61
Độ lệch chuẩn tái lập (s_R) (mg/l)	65,598	34,629	20,598	35,876	44,385
Độ lệch chuẩn tương đối tái lập (RSD_R) (%)	3,19	2,94	2,93	3,09	3,04
Giới hạn tái lập (R) (mg/l)	184	97	58	100	124

Bảng A.3 – Canxi

Mẫu	A	B	C	D	E
Số lượng phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	20	23	20	20	21
Số lượng ngoại lệ (phòng thử nghiệm)	7	4	6	6	6
Số lượng kết quả được chấp nhận	105	118	109	106	113
Giá trị trung bình (\bar{x}) (mg/l)	79	105	17	105	137
Độ lệch chuẩn lặp lại (s_r) (mg/l)	1,0792	1,9409	0,5629	1,4868	1,3931
Độ lệch chuẩn tương đối lặp lại (RSD_r) (%)	1,37	1,85	3,31	1,42	1,02
Giới hạn lặp lại (r) (mg/l)	3,0	5,4	1,6	4,2	3,9
Độ lệch chuẩn tái lập (s_R) (mg/l)	4,1800	5,3163	1,4359	4,5767	6,3454
Độ lệch chuẩn tương đối tái lập (RSD_R) (%)	5,3	5,06	8,45	4,36	4,63
Giới hạn tái lập (R) (mg/l)	11,7	14,9	4,0	12,8	17,8

Bảng A.4 – Magie

Mẫu	A	B	C	D	E
Số lượng phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	24	24	26	24	26
Số lượng ngoại lệ (phòng thử nghiệm)	3	3	1	2	1
Số lượng kết quả được chấp nhận	127	125	140	127	137
Giá trị trung bình (\bar{x}) (mg/l)	106	56	33	69	85
Độ lệch chuẩn lặp lại (s_r) (mg/l)	1,0708	0,9336	0,5028	0,8774	0,9894
Độ lệch chuẩn tương đối lặp lại (RSD_r) (%)	1,01	1,67	1,52	1,27	1,16
Giới hạn lặp lại (r) (mg/l)	3,0	2,6	1,5	2,5	2,8
Độ lệch chuẩn tái lập (s_R) (mg/l)	3,7240	2,3328	1,3922	2,0432	3,0998
Độ lệch chuẩn tương đối tái lập (RSD_R) (%)	3,51	4,16	4,22	2,96	3,65
Giới hạn tái lập (R) (mg/l)	10,4	6,5	3,9	5,7	8,7
<p>CHÚ THÍCH: Yêu cầu chung là quan hệ tuyến tính giữa r, R và \bar{X}</p> <p>Trong đó:</p> <ul style="list-style-type: none"> A Nước cam B Nước táo C Nectar quả D Nectar anh đào E Nước nho trắng 					

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] Untersuchung von Lebensmitteln: Bestimmung von Natrium, Kalium, Calcium und Magnesium in Fruchtsäften: L31.00-10, 1983-11
[Food Analysis: Measurement of the pH-value in fruit juices: L31.00-10, 1983-11] – *In: Amtliche Sammlung von Untersuchungsverfahren nach § 35 LMBG: Verfahren zur Probenahme und Untersuchung von Lebensmitteln, Tabakerzeugnissen, kosmetischen Mitteln und Bedarfsgegenständen/Bundesgesundheitsamt [In: Collection of official methods under article 35 of the German Federal Foods Act: Methods of sampling and analysis of foods, tobacco products, cosmetics and commodity goods/Federal Health Office]* Loseblattausgabe, Stand / 31.12.1991, Bd.I. [Loose-leaf edition, as of 1991-12-31, Vol.1.] Berlin, Köln: Beuth Verlag GmbH.
- [2] Determination of the sodium, potassium, calcium and magnesium content: No 33, 1984.
– *In: Analyses [Collection]/International Federation of Fruit Juice Producers.*
– Loose-leaf edition, as of 1989.
– Zug: Swiss Fruit Union.
-