TCVN TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 8895 : 2012

Xuất bản lần 1

THỰC PHẨM – XÁC ĐỊNH NATRI BORAT VÀ AXIT BORIC – PHƯƠNG PHÁP ĐỊNH TÍNH VÀ BÁN ĐỊNH LƯỢNG

Foodstuffs - Determination of sodium borate and boric acid - Qualitative and semiquantitative method

HÀ NỘI - 2012

Lời nói đầu

TCVN 8895:2012 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.

Thực phẩm – Xác định natri borat và axit boric – Phương pháp định tính và bán định lượng

Foodstuffs – Determination of sodium borate and boric acid – Qualitative and semiquantitative method

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp định tính và bán định lượng để xác định natri borat và axit boric trong thực phẩm.

2 Phương pháp định tính axit boric và natri borat

2.1 Nguyên tắc

Mẫu thực phẩm được axit hóa bằng axit clohydric, sau đó đem đun nóng trên nồi cách thủy. Axit boric (H_3BO_3) hoặc natri borat ($Na_2B_4O_7$) được phát hiện bằng giấy nghệ. Khi có mặt axit boric hoặc natri borat thì giấy nghệ chuyển từ màu vàng sang đỏ cam, giấy nghệ này sẽ chuyển thành màu xanh đậm trong môi trường kiềm và chuyển lại màu đỏ hồng trong môi trường axit.

2.2 Thuốc thử và vật liệu thử

Chỉ sử dụng thuốc thử loại tinh khiết phân tích và chỉ sử dụng nước cất không chứa borat hoặc nước có độ tinh khiết tương đương, trừ khi có quy định khác.

2.2.1 Axit clohydric (HCl), nồng độ 36 %.

2.2.2 Dung dịch amoniac, nồng độ 25 %.

2.2.3 Nước vôi trong hoặc **dung dịch canxi hydroxit**.

2.2.4 Giấy nghệ

Cân từ 1,5 g đến 2,0 g bột nghệ, cho vào bình nón dung tích 250 ml, thêm 100 ml cồn 80°. Lắc mạnh trong 5 min rồi lọc qua giấy lọc vào đĩa thủy tinh đáy phẳng (ví dụ: đĩa Petri). Nhúng giấy lọc vào dịch lọc cho thấm đều. Lấy giấy lọc ra, để khô ở nhiệt độ phòng, sau khoảng 1 h cắt giấy lọc thành những dải giấy có kích thước 1 cm x 6 cm.

Có thể chuẩn bị giấy nghệ từ nghệ tươi.

Bảo quản giấy nghệ trong lọ kín, tránh ánh sáng, ẩm và CO_2, SO_2, NH_3, NO... Sử dụng giấy nghệ trong vòng 10 ngày sau khi chuẩn bị.

2.2.5 Sợi len lông cừu

2.3 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:

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

2.3.2 Cối và chày sứ.

2.3.3 Nồi cách thủy.

2.3.4 Lò nung.

2.3.5 Cốc có mỏ.

2.3.6 Đũa thủy tinh.

2.3.7 Pipet.

2.4 Lấy mẫu

Mẫu gửi đến phòng thử nghiệm phải đúng là mẫu đại diện. Mẫu không bị hư hỏng hoặc thay đổi trong suốt quá trình vận chuyển hoặc bảo quản.

2.5 Cách tiến hành

2.5.1 Chuẩn bị mẫu thử

Nghiền nhỏ mẫu thử trong cối sứ (2.3.2), nếu cần. Chuyển mẫu thử đã nghiền vào cốc có mỏ (2.3.5) có dung tích thích hợp. Đun nhẹ mẫu thử trên nồi cách thủy (2.3.3) cùng với lượng nước vừa đủ để mẫu thử rắn hoặc bán rắn chuyển sang dạng lỏng. Axit hóa mẫu thử bằng axit clohydric, sử dụng 7 ml

dung dịch HCl (2.2.1) cho 100 ml mẫu thử dạng lỏng.

CHÚ THÍCH 1: Nếu mẫu có chứa chất béo thì làm lạnh dịch lỏng bằng nước đá hoặc để trong tủ lạnh rồi gạn bỏ lớp chất béo đã đông lại.

CHÚ THÍCH 2: Nếu mẫu có màu thì cho sợi len lông cừu (2.2.5) vào dịch lọc để khử màu.

2.5.2 Phép thử sơ bộ

Nhúng dải giấy nghệ (2.2.4) vào mẫu thử dạng lỏng đã axit hóa cho thấm đều. Lấy giấy ra và để khô tự nhiên.

Nếu màu của giấy nghệ chuyển từ vàng sang đỏ cam thì tiếp tục hơ giấy nghệ trên miệng lọ dung dịch amoniac (2.2.2) sau đó hơ trên miệng lọ dung dịch axit clohydric (2.2.1).

Tiến hành đồng thời một mẫu trắng, thay 25 g mẫu thực phẩm bằng 25 ml nước và thực hiện như trên.

2.5.3 Phép thử khẳng định

Cân 25 g mẫu thử đã nghiền nhỏ, kiềm hoá bằng nước vôi trong hoặc dung dịch canxi hydroxit (2.2.3) sau đó cho bay hơi đến khô trên nồi cách thuỷ (2.3.3). Nung mẫu thử đã làm khô trong lò nung (2.3.4) cho đến khi các chất hữu cơ hoá tro. Để nguội, thêm 15 ml nước, dùng đũa thuỷ tinh (2.3.6) khuấy đều rồi thêm từng giọt dung dịch axit clohydric (2.2.1) cho đến khi hỗn hợp có tính axit rõ rệt. Nhúng mảnh giấy nghệ vào trong hỗn hợp nói trên và hong khô.

2.6 Đọc kết quả

Mẫu thử có chứa axit boric hoặc natri borat nếu màu của giấy nghệ chuyển từ vàng sang đỏ cam, khi tiếp tục hơ giấy nghệ trên hơi amoniac thì màu đỏ cam chuyển thành màu xanh đậm và chuyển lại màu đỏ hồng khi hơ giấy nghệ trên hơi axit clohydric.

3 Phương pháp bán định lượng axit boric và natri borat

3.1 Nguyên tắc

Dung dịch mẫu thử được axit hóa bằng axit clohydric. So sánh màu của giấy nghệ được nhúng vào dung dịch thử với giấy được nhúng vào các dung dịch chuẩn để ước lượng khoảng giá trị hàm lượng axit boric (hoặc natri borat quy về axit boric) có trong mẫu thử.

3.2 Thuốc thử và vật liệu thử

Chỉ sử dụng thuốc thử loại tinh khiết phân tích và chỉ sử dụng nước cất không chứa borat hoặc nước có độ tinh khiết tương đương, trừ khi có quy định khác.

3.2.1 Dung dịch axit boric chuẩn, nồng độ 1 % (phần khối lượng/thể tích)

Cân 1 g axit boric, chính xác đến 0,1 mg, cho vào bình định mức dung tích 100 ml, thêm nước đến vạch. Lắc cho axit boric tan hết (có thể đun nóng nhẹ trên nồi cách thủy cho tan hoàn toàn).

3.2.2 Axit clohydric (HCl), nồng độ 36 %.

3.2.3 Giấy nghệ.

Xem 2.2.4.

3.3 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:

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

3.3.2 Cối và chày sứ.

3.3.3 Bình nón, dung tích 125 ml.

3.3.4 Đũa thủy tinh.

3.3.5 Bếp điện.

3.3.6 Bể làm lạnh hoặc **tủ lạnh.**

3.3.7 Màng lọc, làm bằng sợi thủy tinh.

3.3.8 Pipet.

3.3.9 Ống nghiệm, có nút đậy, dung tích 15 ml, ví dụ ống Pyrex hoặc loại tương đương.

3.4 Lấy mẫu

Mẫu gửi đến phòng thử nghiệm phải đúng là mẫu đại diện. Mẫu không bị hư hỏng hoặc thay đổi trong suốt quá trình vận chuyển hoặc bảo quản.

3.5 Cách tiến hành

3.5.1 Chuẩn bị mẫu thử

Nghiền nhỏ mẫu thử trong cối sứ (3.3.2), nếu cần. Dùng cân (3.3.1), cân 25 g mẫu đã nghiền, chính xác đến 0,1 mg, cho vào bình nón dung tích 125 ml (3.3.3) chứa 50 ml nước. Dùng đũa thủy tinh (3.3.4) để khuấy trộn mẫu. Đậy bình nón bằng mặt kính đồng hồ hoặc phễu loại nhỏ.

Đun mẫu thử đến sôi trên bếp điện (3.3.5) trong khi vẫn khuấy. Không được để quá nhiệt. Làm nguội mẫu thử bằng cách đặt bình nón chứa mẫu trong bể làm lạnh (3.3.6) hoặc đặt trong cốc có mỏ dung tích thích hợp và để trong tủ lạnh, cho đến khi chất béo có trong mẫu đông đặc lại (khoảng 30 min). Vớt bỏ lớp chất béo đông đặc và lọc mẫu thử qua màng lọc bằng sợi thủy tinh (3.3.7).

3.5.2 Chuẩn bị dung dịch màu chuẩn

Dùng pipet (3.3.8) lấy lần lượt 0,00; 0,10; 0,20; 0,50; 0,75; 1,00; 2,50 và 5,00 ml dung dịch axit boric chuẩn (3.2.1), cho vào ống nghiệm dung tích 15 ml (3.3.9). Pha loãng dung dịch bằng nước đến 10 ml và thêm 0,7 ml dung dịch axit clohydric (3.2.2). Đậy nút ống nghiệm để tránh bay hơi.

Dung dịch màu chuẩn đã pha sử dụng được trong 6 tháng khi bảo quản kín trong ống nghiệm (3.3.9).

3.5.3 Xác định

Dùng pipet (3.3.8) lấy 10 ml dịch lọc (xem 3.5.1), cho vào ống nghiệm dung tích 15 ml (3.3.9). Thêm 0,7 ml dung dịch axit clohydric (3.2.2). Đậy nút ống nghiệm và trộn đều.

Dùng kẹp giấy để nhúng một đầu giấy nghệ (3.2.3) vào dung dịch thử đã axit hóa ngập đến ½ chiều dài của giấy. Hong khô nhanh dải giấy trong không khí rồi đặt lên tờ giấy lọc màu trắng.

Thực hiện tương tự với các dải giấy nghệ trong các dung dịch màu chuẩn (3.5.2). Đặt các dải giấy nghệ đã nhúng vào dung dịch màu chuẩn và đã hong khô cạnh dải giấy đã xử lí với dung dịch thử và để khô 1 h đến 2 h ở nhiệt độ phòng.

So sánh màu của các dải giấy bằng cách đặt dải giấy đã xử lí với dung dịch thử vào giữa từng cặp giấy chuẩn, tốt nhất là trong ánh sáng tự nhiên.

Sử dụng các dải giấy chuẩn mới cho mỗi dãy phần mẫu thử.

Nếu màu của giấy thử nằm ngoài dải màu của dãy giấy chuẩn thì pha loãng dịch lọc (3.5.1), ví dụ dùng 5 ml dịch lọc, 5 ml nước, 0,7 ml dung dịch axit clohydric và nhân kết quả cuối cùng với 2.

3.6 Biểu thị kết quả

Với thể tích dịch lọc (xem 3.5.1) 10 ml (tương ứng với 5 g mẫu thử) thì các dung dịch màu chuẩn đã pha tương ứng với hàm lượng axit boric trong mẫu thử lần lượt là 0,00; 0,02; 0,04; 0,10; 0,15; 0,20; 0,50 và 1,00 % khối lượng.

Dựa vào nồng độ của dung dịch xử lí giấy chuẩn đã biết để xác định hàm lượng axit boric trong mẫu thử tương ứng bằng cách so sánh màu của giấy chuẩn và giấy thử.

Nếu màu của giấy thử nằm trong dải của hai giấy chuẩn thì ước tính hàm lượng trong dải hai giá trị đó.

4 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ:

- mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu thử;
- ngày và phương pháp lấy mẫu, nếu biết;
- ngày nhận mẫu;
- ngày thử nghiệm;
- phương pháp thử đã dùng, viện dẫn tiêu chuẩn này;
- kết quả thử và đơn vị biểu thị kết quả trong trường hợp bán định lượng;
- các chi tiết đặc biệt quan sát được trong quá trình thử nghiệm;
- tất cả các chi tiết thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này, hoặc tuỳ ý lựa chọn, có thể ảnh hưởng tới kết quả.

Thư mục tài liệu tham khảo

[1] AOAC 970.33 *Boric Acid and Borates in Food. Qualitative Test.*

[2] AOAC 959.09 *Boric Acid in Meat. Semiquantitative Method.*

[3] *Thường quy kĩ thuật định tính và bán định lượng natri borat và acid boric trong thực phẩm* ban hành kèm theo Quyết định số 3390/2000/QĐ-BYT ngày 28 tháng 9 năm 2000 của Bộ trưởng Bộ Y tế.