CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ

HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH

Mã số: HD.TN.237 Ngày ban hành: 02

Lần ban hành: 29/12/2017

Trang: 1/4

XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG KIM LOẠI NẶNG QUY CHÌ THÔI NHIỄM TỪ BAO BÌ, DỤNG CỤ NHỰA TỔNG HỢP TIẾP XÚC VỚI THỰC PHẨM

Nhân viên biên soạn	Nhân viên xem xét	Nhân viên phê duyệt
Trần Minh Thứ	Trần Thái Vũ	Trần Thái Vũ

THEO DÕI SỬA ĐỔI TÀI LIỆU

STT	Vị trí	Nội dung sửa đổi	Ngày sửa đổi			
1		Thay đổi format SOP	29/12/2017			

HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH

Mã số: HD.TN.237 Ngày ban hành: 02

Lần ban hành: 29/12/2017

Trang: **2/4**

A. TỔNG QUAN

I. Phạm vi áp dụng.

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định kim loại nặng quy chì thôi nhiễm từ bao bì dụng cụ nhựa tổng hợp tiếp xúc với thực phẩm theo QCVN:12-1

ST T	Nguyên tố	LOD, mg/L	LOQ, mg/L
1	Kim loại nặng	0.3	1

II. Tài liệu tham khảo.

✓ Tiêu chuẩn này được xây dựng theo: QCVN 12-1:2011/BYT,

III. Nguyên tắc.

Phương pháp dựa trên việc tạo sunfua màu của kim loại nặng và tiến hành so màu bằng mắt cường độ màu của dung dịch thử với dung dịch so sánh có chứa một lượng chì xác định (tính bằng mg). tiến hành xác định chì trong môi trường axit axetic.

VI. Thông tin an toàn phòng thí nghiệm.

- Các phương pháp an toàn phòng thí nghiệm cần phải được thực hiện nghiêm ngặt như sử dụng áo blouse, tủ hút, găng tay, khẩu trang, kính bảo hộ lao động khi cần thiết.
- Các hoá chất thải phải được thu gom vào các bình chứa riêng biệt, cụ thể và có dán nhãn nhận biết.

B. PHÂN TÍCH

I. Thiết bị và dụng cụ phân tích.

- 1. Thiết bị cơ bản.
- Bình định mức 25 mL
- ống ly tâm 15 mL
- Bếp điện, 200°C
- Giấy lọc Whatman no.41
- Cân phần tích chính xác đến 0.01 g.
- Tủ nung 500°C.
- Tủ hút hơi acid

Các dụng cụ trước khi sử dụng phải được rửa bằng dung dịch axít 2%, sau đó rửa lại nhiều lần bằng nước cất khử ion và để khô tự nhiên.

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ

HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH

Mã số: HD.TN.237 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017

Trang: **3/4**

II. Hoá chất và chất chuẩn.

- 1. Hoá chất.
 - Axit axetic 4%
 - Nước cất khử ion
 - Muối Natri sulfit
 - Giấy quỳ

2. Chất chuẩn.

- Dung dịch chuẩn chì gốc: Hòa tan 159,8 mg chì (II) nitrat trong 10 ml acid nitric 10%, và thêm nước cất định mức đến đủ 100 ml. Dung dịch chuẩn chì gốc này có nồng độ 1 mg/ml
- Dung dịch chuẩn chì làm việc: Lấy chính xác 1 ml dung dịch chuẩn chì gốc, thêm acid nitric 0,1 mol/l định mức đến đủ 100 ml. Dung dịch chuẩn làm việc này có nồng độ 10 μg/ml.

III. Kiểm soát QA/QC.

Trong mỗi đợt phân tích, nhân viên phân tích thực hiện các mẫu sau để kiểm soát chất lượng phân tích.

- Mẫu Blank hóa chất: thực hiện song song với mẫu phần tích
- Mẫu Blank matrix: Mẫu blank phù hợp với nền mẫu phân tích.
- Mẫu QC phòng thí nghiêm: do trưởng nhóm quyết đinh

VI. xử lý mẫu.

1. Chuẩn bị mẫu

Đồng nhất và bảo quản mẫu theo hướng dẫn thí nghiệm "HD.KT.022" mục 4.3

- 2. Phương pháp tiến hành.
- Chuẩn bị dung dịch thử:

Rửa sạch mẫu bằng nước cất, ngâm trong dung dịch ngâm thôi theo tỷ lệ 2ml /1cm2 mẫu - Sử dụng dung dịch ngâm và điều kiện ngâm thích hợp

- + Chuẩn bị dung dịch chuẩn chì
- Tiến hành:
 - Ống thử: Cho 20ml dung dịch thử vào ống Nessler, thêm nước cất đến đủ 50ml.

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ

HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH

Mã số: HD.TN.237 Ngày ban hành: 02

Lần ban hành: 29/12/2017

Trang: 4/4

- Ống so sánh: Tiến hành đồng thời với 1 ống Nessler khác, cho 2ml dung dịch chuẩn chì, thêm 20ml dung dịch acid acetic 4%, thêm nước cất đến đủ 50ml. Nhỏ vào mỗi ống 2 giọt thuốc thử Natri sulfid, để yên trong 5 phút, sau đó quan sát cả 2 ống trên nền trắng.

Thực hiện mẫu Blank song song.

C. TÍNH TOÁN KẾT QUẢ.

- So màu bằng mắt thường
- Dung dịch trong ống thử không được thẫm màu hơn dung dịch trong ống so sánh

D. KIỂM SOÁT DỮ LIỆU QA/QC

- Mẫu lặp lại được thực hiện ít nhất 1 lần cho một lô mẫu (≤20 mẫu). Độ lệch tương đối giữa hai mẫu lặp lại không quá ±10 %.

E. BÁO CÁO KẾT QUẢ.

Kết quả báo cáo phân tích được ghi nhận lại trong biểu mẫu BM.15.04a, BM.15.06