

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.222 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 2/6
---	----------------------------------	---

A. TỔNG QUAN

I. Phạm vi áp dụng.

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định kim loại Pb, Cd trong bì dụng cụ nhựa tổng hợp tiếp xúc với thực phẩm theo TCVN:12-1

STT	Nguyên tố	LOD,mg/kg	LOQ, mg/kg
1	Pb	0.5	1.5
2	Cd	0.5	1.5

II. Tài liệu tham khảo.

- ✓ Tiêu chuẩn này được xây dựng theo: QCVN 12-1:2011/BYT
- ✓ Tham khảo chéo: SMEWW 3125 (Mã số: HD.TN.019)

III. Nguyên tắc.

Mẫu sau khi ngâm thôi nhiễm trong dung môi và điều kiện thích hợp lấy dịch chiết định lượng trên ICP-MS.

Mẫu sau khi được than hóa, tro hóa sẽ được hòa tan trong HNO₃ 2% và định lượng trên ICP-MS.

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
 - Chén sứ 30 mL
 - Ống ly tâm 15 mL
 - Bếp điện, 200°C
 - Giấy lọc Whatman no.41
 - Cân phân tích chính xác đến 0.01 g.

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.222 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 3/6
---	----------------------------------	---

- Tủ nung 500°C.
- Tủ hút hơi acid

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

2. Thiết bị phân tích

- Hệ thống ICP-MS ELAN DRC-e, PerkinElmer, Canada
- Phần mềm điều khiển: Elan version 3.4 hotfix 1
- Hệ tiêm mẫu tự động Auto sampler AS 93plus
- Bơm nhu động tích hợp, Superia, USA
- Dây dẫn mẫu silicon (black – black coded), Analytical West, US

II. Hoá chất và chất chuẩn.

1. Hoá chất.

- Axit axetic 4%
- Nước cất khử ion
- HNO₃ đậm đặc

2. Chất chuẩn.

- Dung dịch chuẩn 26e chất: 100 mg/L

Lưu ý: các dung dịch chuẩn có thể pha loãng theo thể tích hoặc khối lượng (sử dụng cân, khi tỉ trọng của dung dịch trước và sau pha loãng là như nhau)

Từ các dung dịch chuẩn gốc, tiến hành pha loãng trong dung dịch axit HNO₃ 5 % để được các dung dịch chuẩn có nồng độ từ 10-200 µg/L.

Dung dịch chuẩn trung gian 1 mg/L: Rút 0.5 mL dung dịch chuẩn gốc 100 mg/L vào bình 50 mL, định mức đến vạch HNO₃ 5 %

Các dung dịch chuẩn làm việc:

Stt	Thể tích dung dịch chuẩn trung gian 10 mg/L, mL	Thể tích định mức, mL	Nồng độ chuẩn, µg/L
-----	--	-----------------------	---------------------

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.222 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 4/6
---	----------------------------------	---

1	0.25	50	5
2	0.5	50	10
3	1.25	50	25
4	2.5	50	50
5	5	50	100

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 phân tích
- Mẫu Blank matrix: Mẫu blank phù hợp với nền mẫu phân tích.
- Mẫu QC Spike: spike trên nền mẫu blank ít nhất một trong các nồng độ sau: 1 ppm , 5 ppm, 10 ppm.

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.

Cân **1,0 g** mẫu (chính xác đến mg) vào chén sứ chịu, thêm **2 ml** acid sulfuric, gia nhiệt từ từ cho đến khi hết khói trắng bay ra từ acid sulfuric và phần lớn mẫu đã bị than hóa. Sau đó, cho chén vào nung trong lò điện tại 450°C để quá trình than hóa xảy ra hoàn toàn, lặp lại quá trình thêm acid sulfuric và nung đối với chén trên đĩa, để nguội. Thêm vào chén **5 ml** acid hydrochloric (1 → 2), trộn đều, và cho bay hơi trên bể cách thủy. Sau khi để nguội, thêm **50 ml** acid nitric 0,1 mol/l, hòa tan, lọc và loại bỏ phần không tan, thu phần dịch lọc làm dung dịch thử.

V. Phân tích

1. Thông số thiết bị:

timing parameteres		Manual settings	
Sweeps/Reading	10	Plasma flow	15 L/min
Reading per Replicates	1	Nebulizer flow	1.1 L/min
Number of Replicates	6	RF-power	1200 - 1400 Watts

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.222 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 5/6
--	--	---

Settling time	Normal		
Scan Mode	Peak Hopping		
Dwell Time	100 ms		
Signal Processing		Liquid uptake and washout settings	
Detector Mode	Dual	Sample uptake	1.3 mL/min at 12 rpm
Measurement Units	Cps	Sample flush	25s
Autolens	On	Sample flush speed	48 rpm
Spectral Peak processing	Average	Read delay	10s
Signal Peak Processing	Maximum	Delay and analysis speed	26 rpm
Blank Subtractions	After internal standard	Wash time	35s
Baseline Readings	0	Wash speed	48 rpm
Smoothing	Yes, factor 5		

analytes	isotopes	Internal standard	Interferences		Corrections
			background molecular ions	matrix molecular ions	
Pb	208				
Cd	114				

2. Trình tự của quá trình tiêm mẫu trên thiết bị phân tích.

- Rửa hệ thống với dung dịch acid HNO₃ 2 % trong khoảng 10 phút
- Tiêm mẫu trắng đường chuẩn, acid HNO₃ 2%
- Chạy đường chuẩn từ thấp đến cao gồm các nguyên tố cần phân tích
- Rửa lại hệ thống với acid HNO₃ 2%
- Tiêm chuẩn kiểm tra, sử dụng 2 điểm giữa đường chuẩn
- Tiêm dung dịch rửa hệ thống, acid HNO₃ 2%
- Tiêm mẫu trắng phương pháp

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.222 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 6/6
---	----------------------------------	---

- Tiêm mẫu phân tích
- Tiêm mẫu thêm chuẩn
- Tiêm chuẩn kiểm tra sau 10 mẫu phân tích trong sequence
- Sau khi kết thúc sequence chạy máy, rửa lại hệ thống với dung dịch HNO₃ 2%.

C. TÍNH TOÁN KẾT QUẢ.

Kết quả được tính theo công thức sau:

$$C_{mẫu} (mg/Kg) = \frac{C_0 \times V}{m \times 1000}$$

- C_0 : nồng độ chất phân tích dung dịch thử dựa trên đường chuẩn, $\mu g/L$
- V : Thể tích định mức, mL
- m : Khối lượng cân mẫu, g

D. KIỂM SOÁT DỮ LIỆU QA/QC

- Đường chuẩn phải có độ tuyến tính tốt (ít nhất là 05 điểm chuẩn), hệ số tương quan hồi qui tuyến tính (R^2) phải lớn hơn hoặc bằng 0.998.
- Độ lệch của các dung dịch chuẩn tiêm xen kẽ giữa các mẫu phân tích không vượt quá $\pm 10\%$ giá trị thật.
- 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 $\pm 10\%$.
- Mẫu QC spike: hiệu suất thu hồi nằm trong khoảng 80-110 %.

E. BÁO CÁO KẾT QUẢ.

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