

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.138 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 1/6
---------------------------------------------------	----------------------------------	---------------------------------------------------------------------------------

XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG KIM LOẠI CHÌ (Pb), CADIMI(Cd), ARSEN(As), THỦY NGÂN(Hg) PHỤ GIA THỰC PHẨM BẰNG KỸ THUẬT PHÁ MẪU ƯỚT (ICP-MS)

Nhân viên biên soạn	Nhân viên xem xét	Nhân viên phê duyệt
Trần Minh Thứ	Trịnh Thị Minh Nguyệt	Trịnh Thị Minh Nguyệt

THEO DÕI SỬA ĐỔI TÀI LIỆU

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

- A. TỔNG QUAN**
I. Phạm vi áp dụng.

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.138 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 2/6
---------------------------------------------------	----------------------------------	---------------------------------------------------------------------------------

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định kim loại Arsen (As), Cadimi (Cd), Chì (Pb), Thủy ngân (Hg) trong phụ gia thực phẩm bằng kỹ thuật phá mẫu ướt (ICP-MS).

STT	Kim loại	LOD, mg/kg	LOQ, mg/kg
1	As	0.1	0.3
2	Cd	0.1	0.3
3	Pb	0.1	0.3
4	Hg	0.05	0.15

II. Tài liệu tham khảo.

Tiêu chuẩn này được xây dựng theo: *AOAC official method AOAC 986.15-993.14*

Tham khảo chéo: *SMEWW 3125 (Mã số: HD.TN.019)*

III. Nguyên tắc.

Mẫu sau khi được phân hủy trong HNO₃ đậm đặc (hệ kín) sẽ được 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
- Teflon vessel 75 mL.
- Ống ly tâm 15 mL
- Bếp điện, 200°C
- Hotblock 36 cell, 200°C
- Giấy lọc Whatman no.41
- Cân phân tích chính xác đến 0.01 g.
- Tủ hút hơi acid.

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.138 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 3/6
---------------------------------------------------	----------------------------------	---------------------------------------------------------------------------------

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.

- HNO₃ đậm đặc
- Nước cất khử ion
- Khí Argon 99.999%.

2. Chất chuẩn.

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)

- Dung dịch chuẩn hỗn hợp kim loại As, Cd, Pb (HNO₃ 2%): 100 mg/L
- Dung dịch chuẩn Hg (HNO₃ 10%): 1000 mg/L
- Dung dịch chuẩn trung gian (As, Cd, Pb) 1 mg/L: Cân 0.5 g dung dịch chuẩn gốc 100mg/L vào ống ly tâm 50ml, định mức lên 50 g bằng HNO₃ 2%.
- Dung dịch chuẩn Hg trung gian 10 mg/L: cân 0.50 g dung dịch chuẩn gốc 10mg/L vào ống ly tâm thủy tinh 50 mL, định mức lên 50.0 g bằng HNO₃ 2%.
- Dung dịch chuẩn Hg trung gian 1 mg/L: cân 5.0 g dung dịch chuẩn gốc 10 mg/L vào ống ly tâm thủy tinh 50ml, định mức lên 50.0 g bằng HNO₃ 2%.
- Dung dịch chuẩn làm việc hỗn hợp kim loại (As, Cd, Pb) và Hg được pha theo bảng sau:

Stt	m _{std hỗn hợp} g	m _{định mức} g	C _{std} µg/L
1	0.10	50	2.0

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.138 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 4/6
---------------------------------------------------	----------------------------------	---------------------------------------------------------------------------------

2	0.25	50	5.0
3	0.50	50	10.0
4	1.25	50	25.0
5	2.50	50	50.0
6	5.0	50	100.0
7	10.0	50	200.0

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: 0.5 ppm, 1 ppm, 2 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 không quá **1 g** mẫu vào bình teflon, thêm vào **4 mL HNO₃ đậm đặc**, **1 mL H₂O₂ 30%** và **0.1 mL Au 50 mg/L**. Đặt Teflon vào hotblock, gia nhiệt ở 150°C (không được vượt quá 250°C) trong 2 giờ, lấy ra, để nguội. Dùng pipet chuyển mẫu ra bình **định mức 25 mL**. Tráng bình Teflon nhiều lần bằng nước cất khử ion và cho vào bình định mức, định mức đến vạch bằng nước cất. Lọc mẫu vào ống nhựa 15 mL (bỏ 3-5mL đầu) và phân tích trên ICP-MS.

Thực hiện mẫu Blank song song.

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.138 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	Dalay and analysis speed	26 rpm
Blank Subtractions	After internal stadard	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	
As	75				
Cd	111				
Pb	207				
Hg	202				

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

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.138 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 6/6
---------------------------------------------------	----------------------------------	---------------------------------------------------------------------------------

- 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
- 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:

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

- C_0 : nồng độ chất phân tích dựa trên đường chuẩn, mg/L
- V_{dm} : Thể tích định mức, mL
- m : khối lượng cân, g
- f : hệ số pha loãng (nếu có)

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 ± 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 ± 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