

| | | |
|--|--|---|
| CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ | HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH | Mã số: HD.TN.220 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 1/6 |
|--|--|---|

**XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG KIM LOẠI THIẾC (Sn) TRONG
CÁC SẢN PHẨM ĐỒ HỘP BẰNG PHƯƠNG PHÁP (ICP-
MS)**

| | | |
|----------------------------|--------------------------|----------------------------|
| 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 |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |

A. TỔNG QUAN

| | | |
|---|----------------------------------|---|
| CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ | HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH | Mã số: HD.TN.220 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 2/6 |
|---|----------------------------------|---|

I. Phạm vi áp dụng.

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định kim loại Sn trong đồ hộp bằng kỹ thuật phá mẫu ướt ICP-MS.

| STT | Nguyên tố | LOD,mg/kg | LOQ, mg/kg |
|-----|-----------|-----------|------------|
| 1 | Sn | 0.2 | 0.6 |

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 HNO_3 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.220 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.

- Dung dịch chuẩn gốc Sn : 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 dung dịch chuẩn gốc, tiến hành pha loãng trong dung dịch axit HNO₃ 5 % để được các dung dịch chuẩn có nồng độ từ 10-500 µg/L.

Dung dịch chuẩn trung gian 10 mg/L: Rút 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 |
|-----|---|-----------------------|---------------------|
| 1 | 0.625 | 50 | 10 |
| 2 | 0.125 | 50 | 25 |

| | | |
|---|----------------------------------|---|
| CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ | HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH | Mã số: HD.TN.220 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 4/6 |
|---|----------------------------------|---|

| | | | |
|---|------|----|-----|
| 3 | 0.25 | 50 | 50 |
| 4 | 0.5 | 50 | 100 |
| 5 | 1.25 | 50 | 250 |
| 6 | 2.5 | 50 | 500 |

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 không quá **1 g** mẫu vào bình teflon, thêm vào **5 mL HNO₃ đậm đặc**. 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 |
| Settling time | Normal | | |
| Scan Mode | Peak Hopping | | |

| | | |
|--|--|---|
| CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ | HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH | Mã số: HD.TN.220 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 5/6 |
|--|--|---|

| | | | |
|--------------------------|-------------------------|---|----------------------|
| 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 | |
| Sn | 118 | | | | |
| Sn | 120 | | | | |

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
- Tiêm mẫu phân tích

| | | |
|---|--|---|
| CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ | HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH | Mã số: HD.TN.220 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 6/6 |
|---|--|---|

- 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, $\mu g/L$
- 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