

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC	Mã số: HD.TN.111 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 04/01/2018 Trang: 1/5
--	----------------------------	---

ĐỊNH LƯỢNG NITRAT TRONG RAU QUẢ BẰNG PHƯƠNG PHÁP SẮC KÝ ION – ĐẦU DÒ ĐỘ DẪN ĐIỆN (IC-CD)

Nhân viên biên soạn	Nhân viên xem xét	Nhân viên phê duyệt
Nguyễn Thị Xuân Mai	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	04/01/2018

A. TỔNG QUAN

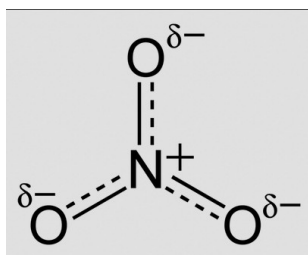
I. Phạm vi áp dụng

Phương pháp này được áp dụng định lượng nitrat trong rau bằng sắc ký ion đầu dò độ dẫn điện. Giới hạn phát hiện của phương pháp 25ppm.

II. Tài liệu tham khảo

Tiêu chuẩn này được xây dựng dựa theo: *Ref. BS EN 12014-2:2005*

III. Nguyên tắc



Nitrat: NO_3^-
Mw : 62 g/mol

Mẫu sau khi được đồng nhất sẽ được chiết trong nước cất, lọc dung dịch qua màng lọc 0,45 μm và được phân tích trên hệ thống IC-CD.

IV. 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

1. Thiết bị và dụng cụ cơ bản

- Cân phân tích, độ chính xác 0,1 mg và 1 mg
- Vial 1.5 mL
- Máy lắc Vortex.
- Bộ lọc dung môi tương thích với giấy lọc 0.45 μm
- Màng lọc Nilon, 13 mm, 0,45 μm
- Dụng cụ thủy tinh các loại

2. Thiết bị phân tích

- Hệ thống sắc ký Ion bao gồm degaser, pump và đầu dò CD.
- Cột sắc ký sắc ký ion ionPac AS11 250mm x 4.6mm (hoặc tương đương).

II. Hóa chất và chất chuẩn

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC	Mã số: HD.TN.111 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 04/01/2018 Trang: 3/5
--	----------------------------	---

1. Hóa chất

- Nước cất 2 lần khử ion.
- Na_2CO_3 , NaHCO_3 , TKPT
- Chuẩn KNO_3 , TKPT

2. Chất chuẩn

Chuẩn KNO_3 Merck đã sấy 105°C trong 2h

Cân chính xác khoảng 16.3mg (m) chất chuẩn KNO_3 cho vào bình định mức 10 mL (ghi lại khối lượng cân), định mức đến vạch bằng nước cất khử ion. Ta được dung dịch chuẩn gốc có nồng độ:

$$C = m/10 \times 1000 \times 62/101 = 16.3 / 10 \times 62/101 \times 1000 \approx 1000 \text{ (mg/L)}$$

Trong đó: 62, 101 là khối lượng phân tử của NO_3 và KNO_3 .

- Dung dịch chuẩn trung gian 100 mg/L

Rút 1 mL dung dịch chuẩn gốc 1000 mg/L cho vào bình định mức 10 mL, định mức đến vạch bằng nước cất khử ion. Ta thu được dung dịch chuẩn 100 mg/L.

- Dung dịch chuẩn làm việc

Tiến hành pha loãng trung gian trong nước để được các dung dịch chuẩn làm việc có nồng độ từ 1 đến 50 mg/L. Rút lần lượt 0.5, 0.2, 0.1, 0.05, 0.02, 0.01mL dung dịch chuẩn trung gian 100 mg/L cho vào 6 vial 1.5 mL, thêm nước cất khử ion đến 1mL. Ta thu được các dung dịch chuẩn có nồng độ: 50, 20, 10, 5, 2, 1mg/L.

3. Dung dịch pha động:

Dung dịch Na_2CO_3 3.5mM / NaHCO_3 1mM, được đánh siêu âm kỹ trước khi phân tích.

III. Kiểm soát QA/QC

Trong mỗi đợt phân tích, phân tích viên phải thực hiện:

- Mẫu lặp
- Mẫu spike trên nền mẫu

IV. Xử lý mẫu

1. Chuẩn bị mẫu

Mẫu rau quả được bảo quản đông lạnh -18°C .

2. Phương pháp tiến hành

Cân khoảng 5-10g mẫu cho vào erlen 250 mL, thêm vào 100 mL nước cất, đun sôi 15 phút ở 80°C . Để nguội, chuyển dung dịch vào bình định mức 200 mL, và định mức tới vạch bằng nước DI. Lắc kỹ, lọc qua màng lọc $0.45\mu\text{m}$ vào vial và tiến hành phân tích trên IC-CD.

V. Phân tích

1. Điều kiện phân tích trên IC-CD

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC	Mã số: HD.TN.111 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 04/01/2018 Trang: 4/5
--	----------------------------	---

- Cột sắc ký: cột ionPac AS11 250mm x 4.6mm. (hoặc tương đương)
- Thể tích tiêm: 25 µl
- Pha động: Na₂CO₃ 3.5mM / NaHCO₃ 1mM
- Tốc độ : 1.2 mL/phút
- Nhiệt độ: 30°C
- Current:2

2. Trình tự tiêm mẫu

Sau khi hệ thống cân bằng (khoảng 30 phút), các mẫu sẽ được phân tích theo trình tự sau:

- Các dung dịch chuẩn có nồng độ từ thấp đến cao
- Mẫu cần kiểm nghiệm.
- Mẫu thêm chuẩn
- Chuẩn check

Chú ý: Khi phân tích mẫu hàng loạt, tiêm xen kẽ một điểm chuẩn sau khi phân tích chuỗi 5 mẫu và kết thúc là một điểm chuẩn.

C. TÍNH KẾT QUẢ

Xây dựng đường chuẩn biểu thị mối quan hệ giữa diện tích thu được với nồng độ tương ứng. Kết quả chất cần phân tích trong mẫu được tính toán thông qua diện tích tương ứng so với đường chuẩn, theo công thức sau:

$$C = \frac{C_o \times V_{dm}}{m} \times f$$

Trong đó:

- C: nồng độ chất phân tích trong mẫu, ppm
- C_o: nồng độ chất phân tích trong dịch chiết tính theo 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 PHÂN TÍCH

- Đường chuẩn phải có độ tuyến tính tốt (ít nhất là 05 điểm chuẩn), hệ số tương quan hồi qui tuyến tính (R²) phải lớn hơn hoặc bằng 0.995.
- Độ lệch của các dung dịch chuẩn tiêm xen kẽ giữa các mẫu phân tích không vượt quá ±10 % giá trị thật.
- Mẫu thêm chuẩn được thực hiện ít nhất 1 lần cho một lô mẫu. Hiệu suất thu hồi của mẫu thêm chuẩn phải nằm trong khoảng 80-120 %.

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC	Mã số: HD.TN.111 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 04/01/2018 Trang: 5/5
--	----------------------------	---

4. Mẫu lặp lại được thực hiện cho một lô mẫu (≥ 5 mẫu). Độ lệch tương đối giữa hai mẫu lặp lại không quá $\pm 10\%$.

E. BÁO CÁO KẾT QUẢ

Kết quả báo cáo phân tích được ghi nhận lại trong phiếu phân tích bm.15.04a và BM.15.06