

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.223 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 2/7
---	----------------------------------	---

A. TỔNG QUAN

I. Phạm vi áp dụng.

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định hàm lượng Iod tổng sữa bằng kỹ thuật phá mẫu ướt ICP-MS.

STT	Nguyên tố	LOD,mg/kg	LOQ, mg/kg
1	Iod	0.2	0.6

II. Tài liệu tham khảo.

Tiêu chuẩn này được xây dựng theo: *AOAC official method AOAC 2012.14-2012.15*

Tham khảo chéo: *SMEWW 3125*

III. Nguyên tắc.

Mẫu sau khi được phân hủy trong KOH 50 % (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
- 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.223 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 3/7
---	----------------------------------	---

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.

- KOH rắn, TKPT
- **Dung dịch KOH 5% (w/v):** hòa tan 25 g KOH rắn trong nước DI, định mức lên 500 mL. Lưu tại nhiệt độ phòng trong 6 tháng kể từ ngày pha
- Ammonium hydroxide (NH₄OH). Certified ACS
- Sodium thiosulfate (Na₂S₂O₃). 99.99+%.
- **Dung dịch ổn định (10 % NH₄OH + 1 % Na₂S₂O₃) :** hòa tan 5g Na₂S₂O₃ trong nước DI, thêm 50 mL NH₄OH. Định mức lên 500 mL. Bảo quản ở nhiệt độ phòng trong 6 tháng kể từ ngày pha.
- **Dung dịch pha loãng (0.5 % KOH, 0.2 % NH₄OH, 0.02 % Na₂S₂O₃) :** pha loãng 50 mL KOH 5 % và 10 mL dung dịch ổn định lên 500 mL bằng nước DI. Bảo quản ở nhiệt độ phòng trong 6 tháng.
- Nước cất khử ion – 18 MΩ/cm.
- Khí Argon 99.999%.

2. Chất chuẩn.

- Dung dịch chuẩn Iod 1000 mg/L: cân chính xác 0.1688 g KIO₃ vào bình mức 100 mL, hòa tan và định mức đến vạch bằng nước cất khử ion DI.

Lưu ý: các dung dịch chuẩn có thể pha loãng theo thể tích hoặc khối lượng (sử dụng

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.223 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 4/7
---	----------------------------------	---

cân, khi tỉ trọng của dung dịch trước và sau pha loãng là như nhau)

Dung dịch chuẩn trung gian 10 mg/L: Rút 0.5 mL dung dịch chuẩn gốc 1000 mg/L vào bình 50 mL, định mức đến vạch bằng nước DI.

Từ dung dịch chuẩn trung gian 10 mg/L tiến hành pha loãng trong dung dịch (**0.5 % KOH, 0.2 % NH₄OH, 0.02 % Na₂S₂O₃**) để được các dung dịch chuẩn làm việ từ 10-500 µg/L.

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	0.0625	50	10
2	0.125	50	25
3	0.25	50	50
4	0.5	50	100
5	1	50	200
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: 0.5 ppm , 1 ppm, 2 ppm hoặc thực hiện mẫu QC phòng thí nghiệm do trưởng nhóm quyết định.

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 chính xác khoảng 0.25-2.5 g mẫu và ống Teflon, thêm 20 mL nước DI, thêm 5 mL KOH 5 %. Đậy nắp teflon, lắc đều mẫu sau đó gia nhiệt lên $105 \pm 5^{\circ}\text{C}$ trong khoảng 1 h. lấy Teflon ra khỏi hotblock thêm 1 mL dung dịch ổn định, để nguội, tiếp tục thêm 1 mL dung dịch ổn định và chuyển vào bình mức 50 mL, định mức đến vạch bằng nước DI, lọc mẫu qua giấy lọc kích thước 1 µm vào ống ly tâm 15 mL, lưu ở nhiệt độ phòng

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.223 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 5/7
---	--	---

Thực hiện mẫu Blank và mẫu QC spike 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		
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	
I	127				

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

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.223 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 6/7
---	--	---

- Rửa hệ thống với dung dịch acid KOH 0.5 % trong khoảng 10 phút
- Tiêm mẫu trắng đường chuẩn, acid KOH 0.5 %.
- Chạy đường chuẩn từ thấp đến cao gồm các nguyên tố cần phân tích
- Rửa lại hệ thống với acid KOH 0.5 %.
- Tiêm chuẩn kiểm tra, sử dụng 2 điểm giữa đường chuẩn
- Tiêm dung dịch rửa hệ thống, acid KOH 0.5 %.
- 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 KOH 0.5 %.

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

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.223 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 7/7
--	--	---