**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 |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |

1. **TỔNG QUAN**
2. **Phạm vi áp dụng.**

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 |

1. **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)*

1. **Nguyên tắc.**

Mẫu sau khi được phân hủy trong HNO3 đậm đặc (hệ kín) sẽ được định lượng trên ICP-MS.

1. **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.

1. **PHÂN TÍCH**
2. **Thiết bị và dụng cụ phân tích.**
3. Thiết bị cơ bản.

* Bình định mức 25 mL
* Teflon vessel 75 mL.
* ống ly tâm 15 mL
* Bếp điện, 2000C
* Hotblock 36 cell, 2000C
* Giấy lọc Whatman no.41
* Cân phần tích chính xác đến 0.01 g.
* Tủ hút hơi acid.

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

1. Thiết bị phân tích

* Hệ thống ICP-MS ELAN DRC-e, PerkinElmer,Canada
* Phần mềm điểu 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

1. **Hoá chất và chất chuẩn.**
2. Hoá chất.

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

1. 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** | **mđịnh mức, g** | **Cstd, µg/L** |
| 1 | 0.10 | 50 | 2.0 |
| 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 |

1. **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 phần tích
* Mẫu Blank matrix: Mẫu blank phù hợp với nền mẫu phân tích.
* Mẫu QC Spike: spike trên nềm mẫu blank ít nhật 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

1. 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 150oC (không được vượt quá 250oC) 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 vách 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 |  |  |
| 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** |  |  |  |  |

1. 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
* 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%.

1. **TÍNH TOÁN KẾT QUẢ.**

### Kết quả được tính theo công thức sau:

### *C0: nồng độ chất phân tích dựa trên đường chuẩn, mg/L*

### *Vdm: Thể tích định mức, mL*

### *m: khối lượng cân, g*

### *f: hệ sồ pha loãng (nếu có)*

1. **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 (R2) 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 %.

1. **BÁO CÁO KẾT QUẢ.**

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