**XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG IOD TỔNG TRONG SỮA 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 |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |

1. **TỔNG QUAN**
2. **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 |

1. **Tài liệu tham khảo.**

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

Tham khảo chéo: *SMEWW 3125*

1. **Nguyên tắc.**

Mẫu sau khi được phân hủy trong KOH 50 % (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
* Hotblock 36 cell, 2000C
* Giấy lọc Whatman no.41
* Cân phân 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.

* 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 đồ 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%.

1. 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 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 |

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 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

1. 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 ± 5oC trong khoảng 1 h. lấy Teflon ra khỏi hotblock thêm 1 mL dung dịch ổn định, để nguôi, 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

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** |  |  |  |  |

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

* 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 %.

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