**XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CÁC KIM LOẠI Cr, Mn, Cu, Zn, Fe, Na, Ca, Mg, K TRONG THỰC PHẨM BẰNG KỸ THUẬT PHÁ MẪU KHÔ(ICP-MS)**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Nhânviênbiênsoạn | Nhânviênxemxét | Nhânviênphêduyệt |
| Trần Minh Thứ | Trần TháiVũ | Trần TháiVũ |

**THEO DÕI SỬA ĐỔI TÀI LIỆU**

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| STT | Vịtrí | Nội dung sửađổi | Ngàysửađổi |
| **1** |  | Thayđổiformat SOP | 29/12/2017 |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |

1. **TỔNG QUAN**
2. **Phạmviápdụng.**

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định kim loại Al, Cr, Mn, Cu, Zn, Fe, Na, K, Ca, Mg trong thực phẩm bằng kỹ thuật phá mẫu khô(ICP-MS).

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| **STT** | **Nguyên tố** | **LOD,**  **mg/kg** | **LOQ,**  **mg/kg** |
| 1 | Na | 10 | 30 |
| 2 | Mg | 10 | 30 |
| 3 | Al | 0.5 | 1.5 |
| 4 | K | 20 | 60 |
| 5 | Ca | 20 | 60 |
| 6 | Cr | 0.1 | 0.3 |
| 7 | Fe | 0.5 | 1.5 |
| 8 | Mn | 0.1 | 0.3 |
| 9 | Cu | 0.5 | 1.5 |
| 10 | Zn | 0.5 | 1.5 |

1. **Tàiliệuthamkhảo.**

* Tiêuchuẩnnàyđượcxâydựngtheo: *AOAC official method AOAC 999.11-985.35-969.23-993.14*
* Thamkhảochéo: *SMEWW 3125 (Mãsố: HD.TN.019)*

1. **Nguyêntắc.**

Mẫusaukhiđược than hóa, trohóasẽđượchòa tan trong HNO3 2% vàđịnhlượngtrên ICP-MS.

1. **Thông tin antoànphòngthínghiệm.**

* Cácphươngphápantoànphòngthínghiệmcầnphảiđượcthựchiệnnghiêmngặtnhưsửdụngáo blouse, tủhút, găngtay, khẩutrang, kínhbảohộlaođộngkhicầnthiết.
* Cáchoáchấtthảiphảiđượcthugomvàocácbìnhchứariêngbiệt, cụthểvàcódánnhãnnhậnbiết.

1. **PHÂN TÍCH**
2. **Thiếtbịvàdụngcụphântích.**
3. Thiếtbịcơbản.

* Bìnhđịnhmức 25 mL
* Chénsứ 30 mL
* ốnglytâm 15 mL, 50 mL
* Bếpđiện, 2000C
* GiấylọcWhatman no.41
* Cânphầntíchchínhxácđến 0.01 g.
* Tủnung 5000C.
* Tủhúthơi 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. Thiếtbịphântích

* Hệthống ICP-MS ELAN DRC-e, PerkinElmer,Canada
* Phầnmềmđiểukhiển: Elan version 3.4 hotfix 1
* Hệtiêmmẫutựđộng Auto sampler AS 93plus
* Bơmnhuđộngtíchhợp, Superia, USA
* Dâydẫnmẫu silicon (black – black coded), Analytical West, US

1. **Hoáchấtvàchấtchuẩn.**
2. Hoáchất.

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

1. Chấtchuẩn.

* Các dung dịch chuẩn kim loại 26 chất (Al, Cr, Mn, Cu, Fe, Zn, Na, Mg, Ca...): 100 mg/L, K 1000 mg/L
* Dung dịch chuẩn hỗn hợp kim loại Ca, Mg, K, Na: 10000mg/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 các dung dịch chuẩn gốc, tiến hành pha loãng trong dung dịch axit HNO3 2% để được các dung dịch chuẩn có nồng độ từ 0.025-10 mg/L.

Các dung dịch chuẩn làm việc:

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| ***Stt*** | ***Thể tích dung dịch chuẩn trung gian 100 mg/L, 10 mg/L mL*** | ***Thể tích định mức, mL*** | ***Nồng độ chuẩn, mg/L*** |
| 1 | 0.125 | 50 | 0.025 |
| 2 | 0.25 | 50 | 0.05 |
| 3 | 0.5 | 50 | 0.1 |
| 4 | 0.125 | 50 | 0.25 |
| 5 | 0.25 | 50 | 0.5 |
| 6 | 0.5 | 50 | 1 |
| 7 | 1.25 | 50 | 2.5 |
| 8 | 2.5 | 50 | 5 |
| 9 | 5 | 50 | 10 |

1. **Kiểmsoát QA/QC.**

Trongmỗiđợtphântích, nhânviênphântíchthựchiệncácmẫusauđểkiểmsoátchấtlượngphântích.

* Mẫu Blank hóachất:thựchiện song songvớimẫuphầntích.
* Mẫu Blank matrix: Mẫu blank phùhợpvớinềnmẫuphântích.
* Mẫu QC phòngthínghiệm do trưởngnhómquyếtđịnh.

**VI. xửlýmẫu.**

1. Chuẩnbịmẫu.

Đồngnhấtvàbảoquảnmẫutheohướngdẫnthínghiệm “HD.KT.022”mục 4.3

1. Phươngpháptiếnhành.

**V. Phântích**

1. Thôngsốthiếtbị:

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| **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** |
| Na | **23** |  | ArNH+ |  |  |
| Mg | **24** |  |  | 81BrO+ |  |
| Al | **27** |  | CN | BO, BeO |  |
| K | **39** |  |  |  |  |
| Ca | **43** |  |  | 37ArCl+ |  |
| Cr | **52** |  |  |  |  |
| Fe | **54** |  |  | 37ClO+ |  |
| Mn | **55** |  | CN+ |  |  |
| Cu | **63** |  |  |  |  |
| Zn | **66** |  | 38ArH+ |  |  |

1. Trìnhtựcủaquátrìnhtiêmmẫutrênthiếtbịphântích.

* Rửahệthốngvới dung dịch acid HNO3 2 % trongkhoảng 10 phút
* Tiêmmẫutrắngđườngchuẩn, acid HNO3 2%
* Chạyđườngchuẩntừthấpđếncaogồmcácnguyêntốcầnphântích
* Rửalạihệthốngvới acid HNO3 2%
* Tiêmchuẩnkiểmtra, sửdụng 2 điểmgiữađườngchuẩn
* Tiêm dung dịchrửahệthống, acid HNO3 2%
* Tiêmmẫutrắngphươngpháp
* Tiêmmẫuphântích
* Tiêmmẫuthêmchuẩn
* Tiêmchuẩnkiểmtrasau 10 mẫuphântíchtrong sequence
* Saukhikếtthúc sequence chạymáy, rửalạihệthốngvới dung dịch HNO3 2%.

1. **TÍNH TOÁN KẾT QUẢ.**

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

### *C: Hàm lượng của kim loại trong mẫu, mg/kg.*

### *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 RM phòng thí nghiệm: nồng độ nằm trong giới hạn biểu đồ kiểm soát (control chart)

1. **BÁO CÁO KẾT QUẢ.**

Kếtquảbáocáophântíchđượcghinhậnlạitrongbiểumẫu BM.15.04a, BM.15.06