

Xác định Cadimi, Antimon, Thiếc, Thủy ngân, Chì, Thallium và Bismuth trong phần thịt sầu riêng.



1. Phạm vi áp dụng

Phương pháp này áp dụng để xác định hàm lượng cadimi, antimon, thiếc, thủy ngân, chì, thallium và bismuth trong thịt sầu riêng.

2. Nguyên lý

Sau khi phân hủy, mẫu được phân tích bằng phương pháp khối phổ plasma cảm ứng cao tần (ICP-MS). Phân tích định tính dựa trên tỷ số khối lượng trên điện tích (m/z) đặc trưng của từng nguyên tố; phân tích định lượng được thực hiện bằng phương pháp chuẩn ngoại, trong đó tỷ lệ giữa tín hiệu khối phổ của nguyên tố cần phân tích và nguyên tố nội chuẩn tỷ lệ thuận với nồng độ của nguyên tố cần phân tích.

3. Tài liệu tham khảo

GB 5009.268-2016 Tiêu chuẩn an toàn thực phẩm quốc gia:

Xác định nhiều nguyên tố trong thực phẩm

QCVN 8-2:2011/BYT Tiêu chuẩn kỹ thuật quốc gia của Việt Nam về giới hạn tối đa ô nhiễm kim loại nặng trong thực phẩm

4. Các hóa chất và dung dịch

4.1 Trừ khi có quy định khác, tất cả các hóa chất sử dụng trong phương pháp này đều đạt cấp tinh khiết phân tích, và nước dùng cho thí nghiệm đáp ứng yêu cầu nước cấp loại 1 theo tiêu chuẩn GB/T 6682.

4.2 Các hóa chất

4.2.1 Axit nitric

4.3 Chuẩn bị hóa chất

4.3.1 Axit nitric (5+95): Đong 50 mL axit nitric, thêm vào 950 mL nước, lắc đều.

4.4 Dung dịch chuẩn hỗn hợp của cadimi, thiếc, antimon, bari, thallium và chì (100 mg/L)

4.4.1 Dung dịch chuẩn hỗn hợp trung gian của cadimi, thiếc, antimon, bari, thallium và chì (1 mg/L)

4.4.2 Dây dung dịch chuẩn hỗn hợp của cadimi, thiếc, antimon, bari, thallium và chì với các nồng độ 0 $\mu\text{g/L}$, 0,5 $\mu\text{g/L}$, 1 $\mu\text{g/L}$, 2 $\mu\text{g/L}$, 5 $\mu\text{g/L}$, 10 $\mu\text{g/L}$, 20 $\mu\text{g/L}$ và 50 $\mu\text{g/L}$.

4.5 Dung dịch chuẩn thủy ngân (1000 mg/L)

4.5.1. Dung dịch chuẩn trung gian của thủy ngân (10 mg/L)

4.5.2 Dung dịch chuẩn trung gian của thủy ngân (100 $\mu\text{g/L}$)

4.5.3 Dung dịch dây chuẩn của thủy ngân với các nồng độ 0 $\mu\text{g/L}$, 0.1 $\mu\text{g/L}$, 0.2 $\mu\text{g/L}$, 0.5 $\mu\text{g/L}$, 1 $\mu\text{g/L}$, và 2 $\mu\text{g/L}$.

4.5.4 Dung dịch ổn định thủy ngân: Lấy 0,2 mL dung dịch vàng (Au) nồng độ 1000 mg/L và pha loãng đến 1000 mL bằng dung dịch axit nitric (5+95). Dùng để chuẩn bị các dung dịch chuẩn thủy ngân.

5. Chuẩn bị mẫu

Lấy mẫu bằng phương pháp chia tư (quartering). Rửa vỏ sầu riêng bằng nước cấp độ 1, để khô tự nhiên, cắt thành từng dải bằng dao gôm và đồng nhất thành dạng bột nhão (paste).

6. Thiết bị và dụng cụ

6.1 Máy khối phổ plasma cảm ứng cao tần

6.2 Hệ thống phá mẫu vi sóng: Được trang bị với

Bình phân hủy mẫu bằng polytetrafluoroethylene (PTFE)

6.3 Cân: Độ nhạy 0.1 mg

6.4 Pipet: 200 μ L, 1000 μ L, 5 mL, 10 mL

7. Chuẩn bị các dung dịch chuẩn

7.1 Dung dịch hỗn hợp chuẩn trung gian của cadimi, thiếc, antimon, bari, thallium và chì (1 mg/L): Hút 0.5 mL dung dịch chuẩn hỗn hợp 100 mg/L (4.4) vào bình định mức 50 mL, thêm dung dịch axit nitric (5+95) đến vạch, lắc đều. Bảo quản trong tủ lạnh; thời hạn sử dụng là một tháng.

7.1.1 Dây dung dịch hỗn hợp chuẩn làm việc

Hút chính xác 0 mL, 0.250 mL, 0.5 mL, 1 mL và 2.5 mL dung dịch hỗn hợp chuẩn trung gian 1 mg/L vào các bình định mức 50 mL riêng biệt. Thêm dung dịch axit nitric (5+95) đến vạch và lắc đều. Nồng độ của mỗi nguyên tố trong các dung dịch chuẩn này lần lượt là 0 μ g/L, 5 μ g/L, 10 μ g/L, 20 μ g/L và 50 μ g/L. Tiếp theo, hút 5 mL các dung dịch 5 μ g/L, 10 μ g/L và 20 μ g/L vào các bình định mức 50 mL riêng biệt, thêm dung dịch axit nitric (5+95) đến vạch và lắc đều. Nồng độ của mỗi nguyên tố trong các dung dịch này lần lượt là 0,5 μ g/L, 1 μ g/L và 2 μ g/L.

Dãy nồng độ chuẩn hỗn hợp cuối cùng là: 0 μ g/L, 0.5 μ g/L, 1 μ g/L, 2 μ g/L, 5 μ g/L, 10 μ g/L, 20 μ g/L và 50 μ g/L. Bảo quản ở nhiệt độ phòng.

Lưu ý: Nồng độ cụ thể của các nguyên tố trong dây dung dịch chuẩn có thể được điều chỉnh tùy theo độ nhạy của thiết bị và hàm lượng thực tế của các nguyên tố trong mẫu.

7.2 Dung dịch chuẩn làm việc của thủy ngân

Hút chính xác 0.5 mL dung dịch chuẩn thủy ngân 1000 mg/L vào bình định mức 50 mL, thêm dung dịch ổn định thủy ngân (4.5.4) đến vạch, lắc đều để thu được dung dịch chuẩn thủy ngân 10 mg/L (4.5.1). Tiếp theo, hút chính xác 0.5 mL dung dịch chuẩn thủy ngân 10 mg/L (4.5.1) vào bình định mức 50 mL, thêm dung dịch ổn định thủy ngân (4.5.4) đến vạch, lắc đều để thu được dung dịch chuẩn thủy ngân 100 μ g/L (4.5.2).

Hút 0.25 mL; 0.50 mL và 1 mL dung dịch chuẩn thủy ngân 100 μ g/L (4.5.2) vào các bình định mức 50 mL riêng biệt để thu được các dung dịch chuẩn thủy ngân có nồng độ lần lượt là 0.5 μ g/L; 1 μ g/L và 2 μ g/L. Sau đó, hút 5 mL các dung dịch 1 μ g/L và 2 μ g/L

vào các bình định mức 50 mL riêng biệt để thu được các dung dịch chuẩn thủy ngân có nồng độ lần lượt là 0.1 μ g/L và 0.2 μ g/L. Dây dung dịch chuẩn thủy ngân cuối cùng gồm: 0.1 μ g/L; 0.2 μ g/L; 0.5 μ g/L; 1 μ g/L và 2 μ g/L.

8. Phân hủy mẫu

Cân chính xác khoảng 0.5 g mẫu (độ chính xác: 0.001 g) vào bình phá mẫu vi sóng. Thêm 5 mL axit nitric và tiến hành phân hủy mẫu theo quy trình vận hành của hệ thống phá mẫu vi sóng. Sau khi làm nguội, chuyển dung dịch phân hủy vào bình định mức. Rửa bình phá mẫu 2–3 lần bằng một lượng nhỏ nước, gộp dung dịch rửa vào bình định mức và thêm nước đến vạch. Lắc đều trước khi phân tích. Đồng thời tiến hành mẫu trắng thuốc thử.

9. Phân tích mẫu

9.1 Điều kiện tham chiếu của thiết bị: Điều chỉnh về trạng thái tối ưu dựa trên hiệu suất của thiết bị.

9.2 Chuẩn bị đường chuẩn

Bơm các dung dịch hỗn hợp chuẩn vào hệ ICP-MS. Đo tín hiệu đáp ứng của các nguyên tố cần phân tích và các nguyên tố nội chuẩn. Xây dựng đường chuẩn với nồng độ của các nguyên tố cần phân tích làm trục hoành (x), và tỷ số giữa tín hiệu đáp ứng của nguyên tố cần phân tích so với tín hiệu của nguyên tố nội chuẩn làm trục tung (y).

9.3 Đo các dung dịch mẫu

Bơm dung dịch trắng và các dung dịch mẫu vào hệ ICP-MS. Đo tín hiệu đáp ứng của các nguyên tố cần phân tích và các nguyên tố nội chuẩn. Xác định nồng độ của các nguyên tố cần phân tích trong dung dịch sau phân hủy dựa trên đường chuẩn.

9.4 Mẫu trắng phương pháp: Được chuẩn bị với cùng nồng độ axit và quy trình xử lý như mẫu, nhưng không chứa mẫu thử.

9.5 Mẫu lặp: Xử lý hai phần của cùng một mẫu.

9.6 Độ thu hồi mẫu thêm chuẩn: Chọn một mẫu để thực hiện thí nghiệm thêm chuẩn. Thêm một lượng dung dịch chuẩn sao cho nồng độ trong dung dịch cuối như sau: đối với cadimi, thiếc, antimon, bari, thallium và chì, thêm 0.5 mL dung dịch chuẩn trung gian 1 mg/L (đối với thủy ngân, thêm dung dịch chuẩn 100 μ g/L) vào mẫu song song, và

xử lý đồng thời cùng với mẫu. Độ thu hồi yêu cầu nằm trong khoảng 80%–120%.

10. Tính toán kết quả

$$X = (C - C_{\text{blank}}) \times 50 / (m \times 1000)$$

X: Hàm lượng của từng nguyên tố trong mẫu (mg/kg)

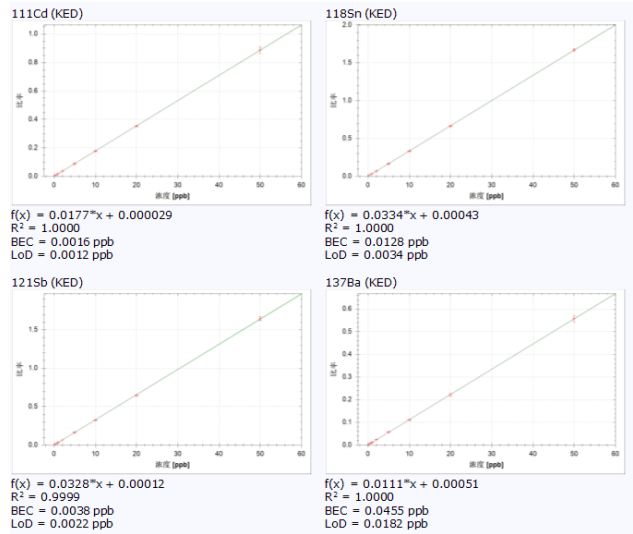
C: Nồng độ của từng nguyên tố trong dung dịch mẫu sau phân hủy. (μg/L)

C_{blank}: Nồng độ của từng nguyên tố trong dung dịch mẫu trắng sau phân hủy. (μg/L)

50: Thể tích định mức (mL)

1000: Hệ số chuyển đổi đơn vị

m: Khối lượng mẫu (g)



11. Dữ liệu đặc trưng và phổ tuyến tính

Nguyên tố	111Cd	118Sn	121Sb	137Ba	202Hg	205Tl	208Pb
Kết quả đo (mg/kg)	0.0040	0.0038	0.0060	0.7977	0.0003	0.0036	0.0108
Độ thu hồi thêm chuẩn (%)	92.5	106.1	101.1	103.0	89.6	103.5	103.7

