

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 10643:2014**

Xuất bản lần 1

**THỰC PHẨM – XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CHÌM CADIMI,  
ĐỒNG, SẮT VÀ KẼM – PHƯƠNG PHÁP ĐO PHỔ HẤP THỤ  
NGUYÊN TỬ SAU KHI TRO HÓA KHÔ**

*Foodstuffs – Determination of lead, cadmium, copper, iron, and zinc –  
Atomic absorption spectrophotometric method after dry ashing*

HÀ NỘI - 2014

**Lời nói đầu**

TCVN 10643:2014 xây dựng dựa trên AOAC 999.11 *Determination of lead, cadmium, copper, iron, and zinc in foods. Atomic absorption spectrophotometry after dry ashing*;

TCVN 10643:2014 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC/F13 *Phương pháp phân tích và lấy mẫu* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

## Thực phẩm - Xác định hàm lượng chì, cadimi, đồng, sắt và kẽm - Phương pháp đo phổ hấp thụ nguyên tử sau khi tro hóa khô

*Foodstuffs - Determination of lead, cadmium, copper, iron, and zinc - Atomic absorption spectrophotometric method after dry ashing*

### 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng chì, cadimi, đồng, sắt và kẽm trong thực phẩm bằng đo phổ hấp thụ nguyên tử dùng lò graphit (GFAAS) sau khi tro hóa khô.

### 2 Nguyên tắc

Phần mẫu thử được làm khô và sau đó tro hóa ở 450 °C với nhiệt độ tăng dần. Bổ sung dung dịch axit clohydric 6 M và cho bay hơi đến khô. Phần cặn được hòa tan trong dung dịch axit nitric 0,1 M, các chất phân tích được xác định bằng đo phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa dùng lò graphit.

### 3 Thuốc thử

Thuốc thử phải thuộc loại phân tích, tốt nhất là loại siêu tinh khiết hoặc tương đương.

**3.1 Nước,** đã chưng cất lại hoặc nước đã loại ion, điện trở  $\geq 18 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ .

**3.2 Dung dịch axit clohydric (HCl), 6 M**

Pha loãng 500 ml HCl đặc (37 % khối lượng) với nước (3.1) đến 1 lít.

**3.3 Axit nitric (HNO<sub>3</sub>) đặc, 65 % khối lượng.**

**3.4 Dung dịch axit nitric, 0,1 M**

Pha loãng 7 ml HNO<sub>3</sub> đặc (3.3) với nước (3.1) đến 1 lít.

**3.5 Dung dịch chuẩn chì, 1 mg/ml**

Hòa tan 1,000 g chì trong 7 ml HNO<sub>3</sub> (3.3) đựng trong bình định mức dung tích 1 lít. Thêm nước đến vạch.

CHÚ THÍCH Chỉ sử dụng dung dịch chuẩn bán sẵn trên thị trường dùng cho đo phổ hấp thụ nguyên tử.

## TCVN 10643:2014

### 3.6 Dung dịch chuẩn cadimi, 1 mg/ml

Hòa tan 1,000 g cadimi trong 14 ml nước với 7 ml axit nitric (3.3) đựng trong bình định mức 1 lít. Thêm nước đến vạch.

### 3.7 Dung dịch chuẩn kẽm, 1 mg/ml

Hòa tan 1,000 g kẽm (Zn) trong 14 ml nước với 7 ml axit nitric (3.3) đựng trong bình định mức 1 lít (4.10). Thêm nước đến vạch.

### 3.8 Dung dịch chuẩn đồng, 1 mg/ml.

Hòa tan 1,000 g đồng (Cu) trong 7 ml axit nitric (3.3) đựng trong bình định mức 1 lít (4.10). Thêm nước đến vạch.

### 3.9 Dung dịch chuẩn sắt, 1 mg/ml.

Hòa tan 1,000 g sắt (Fe) trong 14 ml nước với 7 ml axit nitric (3.3) đựng trong bình định mức 1 lít (4.10). Thêm nước đến vạch.

### 3.10 Dung dịch chuẩn làm việc

- a) Đối với phép phân tích trong lò graphit: Pha loãng các dung dịch chuẩn từ 3.5 đến 3.9 với dung dịch axit nitric 0,1 M (3.4) đến dải chất chuẩn bao trùm dải tuyến tính của nguyên tố cần xác định.
- b) Đối với phép phân tích ngọn lửa: Pha loãng các dung dịch chuẩn từ 3.5 đến 3.9, với dung dịch axit nitric 0,1 M (3.4) đến dải chất chuẩn bao trùm dải nồng độ của nguyên tố cần xác định.

## 4 Thiết bị, dụng cụ

Sử dụng các thiết bị dụng cụ thông thường của phòng thử nghiệm và cụ thể sau đây:

4.1 Máy đo phổ hấp thụ nguyên tử, có đầu đốt dùng hỗn hợp không khí - axetylen hoặc đầu đốt dùng hỗn hợp khí dinitơ monoxit - axetylen đối với quy trình đo phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa và lò graphit đối với quy trình đo phổ hấp thụ nguyên tử nhiệt điện, có hiệu chỉnh nền thích hợp (phi nguyên tử).

4.2 Đèn catot rỗng hoặc đèn phóng điện không điện cực, để xác định tất cả các nguyên tố.

4.3 Lò nung, có cài đặt chương trình hoặc lò múp có bộ ổn nhiệt duy trì ở nhiệt độ  $450\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Nếu sử dụng lò múp thì cần có bộ phận tro hóa sơ bộ.

4.4 Bếp điện, có bộ kiểm soát nhiệt độ, làm nóng được đến khoảng  $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

4.5 Đèn hồng ngoại, 250 W, được cố định vào giá đỡ, sao cho có thể điều chỉnh khoảng cách tới đĩa.

- 4.6 Đĩa gốm, ví dụ đĩa để trên giá thấp có đường kính thích hợp với bếp điện.
- 4.7 Nắp thủy tinh, ví dụ đĩa kết tinh, đường kính 185 mm, cao 100 mm, phù hợp với đĩa gốm (4.6) hoặc tương đương.
- 4.8 Chai rửa, “dùng để rửa”, chứa axit sulfuric ( $H_2SO_4$ ) để làm sạch không khí.
- 4.9 Chén nung thạch anh hoặc platin, dung tích 50 ml đến 70 ml.
- 4.10 Bình định mức, dung tích 1 lít.
- 4.11 Cân phân tích, có thể cân chính xác đến 0,1 mg.
- 4.12 Nồi cách thủy.

**LƯU Ý:** Tất cả các dụng cụ thủy tinh và chất dẻo phải được rửa và tráng sạch bằng axit nitric hoặc axit clohydric để tránh nhiễm kim loại. Quy trình làm sạch dụng cụ thủy tinh và chất dẻo:

Dung dịch axit gồm: 500 ml axit nitric đặc (3.3) và 4 500 ml nước (3.1). Rửa lần đầu với nước và chất tẩy rửa. Rửa sạch bằng nước máy, tiếp theo bằng nước đã loại ion, sau đó bằng axit loãng. Cuối cùng, rửa bốn đến năm lần bằng nước (3.1).

## 5 Cách tiến hành

**CẢNH BÁO – Luôn chú ý khi cho axit vào nước.**

Cần tránh gây ô nhiễm chì vào môi trường. Cho chén nung thạch anh (4.9) vào dung dịch axit nitric 20 % và rửa sạch với nước cất trước khi sử dụng. Đun sôi chén nung trong dung dịch axit nitric 20 % trước khi sử dụng, nếu cần. Đốt chén nung platin (4.9) đến nóng đỏ và đun sôi trong dung dịch axit clohydric (3.2) trước khi sử dụng.

Sản phẩm tro với hàm lượng chất béo cao ( $\geq 40$  % khối lượng), ví dụ margarin hoặc mỡ lợn, phải rất cẩn thận để tránh tự cháy. Tro hóa sơ bộ các sản phẩm theo 5.3.2, kể cả khi sử dụng chương trình nung.

### 5.1 Xử lý sơ bộ

Để đồng hóa sản phẩm, sử dụng thiết bị không bị nhiễm bẩn. Kiểm tra việc thô nhiễm kim loại nếu thiết bị có bộ phận bằng kim loại.

### 5.2 Sấy

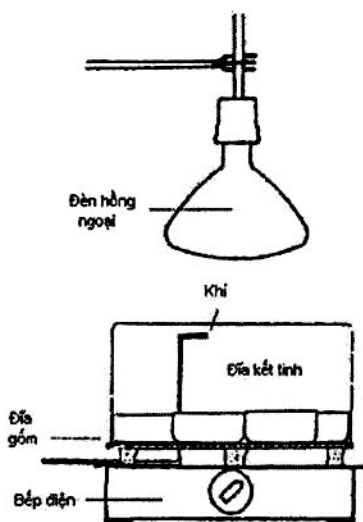
Dùng cân (4.11) cân từ 10 g đến 20 g mẫu thử, chính xác đến 0,1 mg cho vào chén nung (4.9). Trong khi tro hóa, nếu khả năng sôi mạnh thì cần sấy trong tủ, trên nồi cách thủy (4.12) hoặc bếp điện (4.4) ở 100 °C. Sau đó, thực hiện tùy theo từng kiểu lò nung.

## 5.3 Tro hóa

## 5.3.1 Tro hóa trong lò nung cài đặt chương trình

Đặt đĩa vào lò nung (4.3) ở nhiệt độ ban đầu không cao hơn 100 °C. Tăng nhiệt độ với tốc độ tối đa 50 °C/h đến 450 °C. Để yên đĩa ít nhất 8 h hoặc qua đêm. Tiếp tục thực hiện theo 5.3.2.2.

## 5.3.2 Tro hóa trong lò múp có bộ ổn nhiệt, sau khi sấy và tro hóa sơ bộ (xem Hình 1)



Hình 1 – Thiết bị tro hóa sơ bộ

5.3.2.1 Đặt chén nung đựng phần mẫu thử đã sấy bằng nắp thủy tinh và cho không khí đã tinh sạch đi qua ống thủy tinh vào sản phẩm. Đặt đèn (4.5) rơi xuống nắp đậy. Tro hóa sơ bộ mẫu bằng cách tăng từ từ nhiệt độ của đèn hồng ngoại qua việc tăng dần nhiệt độ bếp điện đến tối đa. Nhiệt độ cuối cùng trên đĩa gốm (4.6) ở khoảng 300 °C. Thời gian cần thiết để tro hóa sơ bộ tùy thuộc vào từng loại sản phẩm. Đặt chén nung vào lò múp (4.3) ở 200 °C đến 250 °C và tăng dần nhiệt độ đến 450 °C với tốc độ không lớn hơn 50 °C/h. Để yên ít nhất 8 h hoặc qua đêm.

5.3.2.2 Lấy chén nung ra khỏi lò và để nguội. Làm ướt tro bằng 1 ml đến 3 ml nước và cho bay hơi trên nồi cách thủy (4.12) hoặc bếp điện (4.4). Đặt chén nung trở lại lò múp ở nhiệt độ không quá 200 °C và tăng đến 450 °C (với tốc độ 50 °C/h đến 100 °C/h). Tiếp tục tro hóa ở 450 °C trong 1 h đến 2 h hoặc lâu hơn. Lặp lại quy trình cho đến khi sản phẩm được tro hóa hoàn toàn, tức là tro có màu trắng/xám hoặc sáng màu. Số lần cần thiết lặp lại tùy thuộc vào từng loại sản phẩm. Thêm 5 ml dung dịch axit clohydric 6 M (3.2) vào chén nung đảm bảo rằng tất cả tro đều tiếp xúc với axit. Làm bay hơi axit trên nồi cách thủy (4.12) hoặc bếp điện (4.4). Hòa tan tro trong 10,0 ml đến 30,0 ml dung dịch axit nitric 0,1 M (3.4), chính xác đến 0,1 ml. Xoay chén nung để cho tất cả tro đều tiếp xúc với axit. Đậy mặt kính đồng hồ và để yên khoảng 1 h đến 2 h. Sau đó, khuấy kỹ dung dịch trong chén nung bằng que

khuyến và chuyển tất cả vào chai nhựa. Xử lý mẫu trắng giống như đối với mẫu thử. Thực hiện hai phép thử mẫu trắng cho mỗi mẻ phân tích.

#### 5.4 Đo phổ hấp thụ nguyên tử

##### 5.4.1 Kỹ thuật đo phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa

Kỹ thuật đo phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa thường được dùng để xác định kẽm, đồng và sắt trong các mẫu thực phẩm.

Chiều dài bước sóng, hỗn hợp khí và các thông số kỹ thuật khác thích hợp nhất với từng kim loại được nêu trong sách hướng dẫn do các nhà sản xuất thiết bị cung cấp. Các thông số khuyến cáo được nêu trong Bảng 1.

**Bảng 1 – Các thông số thiết bị đối với kỹ thuật đo phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa**

Nguyên tố	Ngọn lửa	Bước sóng, nm
Fe	Dinitơ monoxit - axetylen, oxy hóa	248,3
Cu	Không khí - axetylen, oxy hóa	324,7
Zn	Không khí - axetylen, oxy hóa	213,9

Đối với kỹ thuật đo phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa được áp dụng ở các nồng độ thấp, cần phải hiệu chỉnh nền.

Khi các kết quả nằm ngoài dải tuyến tính, pha loãng các dung dịch thử với dung dịch axit nitric 0,1 M (3.4).

Chuẩn bị đường chuẩn từ tối thiểu ba dung dịch chất chuẩn.

##### 5.4.2 Kỹ thuật đo phổ hấp thụ nguyên tử dùng lò graphit

Kỹ thuật đo phổ hấp thụ nguyên tử sử dụng lò graphit thường được dùng để xác định chì và cadimi trong các mẫu thực phẩm.

Chiều dài bước sóng, chương trình nhiệt độ và các thông số kỹ thuật khác thích hợp nhất với từng kim loại được nêu trong sách hướng dẫn do các nhà sản xuất thiết bị cung cấp. Ví dụ về các thông số thích hợp đối với thiết bị Perkin Elmer HGA-500 được nêu trong Bảng 2.

Bảng 2 – Ví dụ về các thông số đối với kỹ thuật đo phổ hấp thụ nguyên tử dùng lò graphit

Kim loại	Bước sóng, nm	Chương trình nhiệt độ					Dung dịch thử	
		Bước	1	2	3	4	Thể tích, $\mu$ l	Ống graphit
Pb	283,3	Nhiệt độ, °C	130	650	1900	2500	20	L'vov
		Bước tăng, s	10	5	0	2		
		Thời gian giữ, s	30	10	2	2		
Cd	228,8	Nhiệt độ, °C	130	350	1200	2500	10	Không phủ
		Bước tăng, s	1	5	0	2		
		Thời gian giữ, s	19	10	2	2		

Trong kỹ thuật đo phổ hấp thụ nguyên tử không ngọn lửa, cần phải hiệu chỉnh nền.

Khi các kết quả nằm ngoài dải tuyến tính, pha loãng các dung dịch thử với dung dịch axit nitric 0,1 M (3.4).

Luôn sử dụng phương pháp thêm chuẩn. Các phép đo phải được thực hiện trong dải tuyến tính khi sử dụng phương pháp thêm chuẩn. Thực hiện các phép đo với diện tích pic tốt hơn là sử dụng chiều cao pic.

## 6 Tính và biểu thị kết quả

Tính hàm lượng kim loại trong mẫu thử,  $X$ , biểu thị bằng miligam trên kilogam (mg/kg), theo công thức:

$$X = \frac{(C - C_0) \times V}{m}$$

Trong đó:

$C$  là nồng độ kim loại trong dung dịch thử, tính bằng miligam trên lít (mg/l);

$C_0$  là nồng độ trung bình của kim loại trong dung dịch thử trắng, tính bằng miligam trên lít (mg/l);

$V$  là thể tích của dung dịch thử, tính bằng mililit (ml);

$m$  là khối lượng của phần mẫu thử, tính bằng gam (g).

Nếu dung dịch thử đã được pha loãng thì đưa hệ số pha loãng vào công thức tính.

Khi thực hiện phép xác định lặp lại, lấy trung bình của các kết quả đến hai chữ số có nghĩa.



## 7 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải nêu rõ:

- a) mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu thử;
- b) phương pháp lấy mẫu đã sử dụng, nếu biết;
- c) phương pháp thử đã sử dụng, viện dẫn tiêu chuẩn này;
- d) kết quả thử nghiệm thu được;
- e) mọi điều kiện thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này hoặc tùy chọn, cùng với mọi tình huống bất thường có thể ảnh hưởng đến kết quả.

**Phụ lục A**  
(tham khảo)

**Các kết quả liên phòng thử nghiệm**

**Bảng A.1 – Các kết quả liên phòng thử nghiệm**

Kim loại	Mẫu	Dải phân tích	Trung bình mg/kg	$n^a$	$s_r^b$	$s_R^c$	$RSD_r^d$	$RSD_R^e$	$r^f$	$R^g$
Pb-HGAAS	Pate gan/sữa bột	≥ 0,04	0,040	11	0,019	0,019	46	46	0,052	0,052
	Nước sốt táo		0,27	10		0,10		38		0,29
	Cá xay nhỏ		0,53	10		0,11		20		0,31
	Cám lúa mì		0,111	12		0,056		50		0,16
	Sản phẩm ăn kiêng mô phỏng D/E		0,246	10[1]	0,034	0,048	14	20	0,096	0,14
Cd- HGAAS	Pate gan	≥ 0,05	0,049 1	11		0,005 8		12		0,016
	Cá xay nhỏ/ Cám lúa mì		0,175	8[1]	0,021	0,032	12	18	0,058	0,089
	Sản phẩm ăn kiêng mô phỏng D/E		0,51	8	0,10	0,13	19	26	0,27	0,37
Zn-FAAS	Pate gan /Cá xay nhỏ	≥ 0,7	6,63	13	0,35	0,50	5,3	7,5	0,98	1,4
	Xốt táo		0,699	11[3]		0,047		6,8		0,13
	Cám lúa mì		71,5	12[2]		4,9		6,8		14
	Sữa bột		35,0	12[2]		2,8		8,0		7,9
	Sản phẩm ăn kiêng mô phỏng D/E		37,82	11[2]	0,68	1,31	1,8	3,5	1,9	3,7
Cu-FAAS	Xốt táo/Cá xay nhỏ	≥ 0,2	0,240	12[1]	0,076	0,076	32	32	0,21	0,21
	Sữa bột		0,51	14[2]		0,23		45		0,65
	Pate gan		5,34	13[2]		0,37		6,9		1,0
	Cám lúa mì		9,52	12		0,98		10		2,7
	Sản phẩm ăn kiêng mô phỏng D/E		45,4	12[1]	1,6	3,1	3,6	6,9	4,6	8,8
Fe-FAAS	Pate gan	≥ 4	24,3	14		2,8		11		7,8
	Cá xay nhỏ/ Sữa bột		3,99	11[3]	0,44	0,54	11	14	1,2	1,5
	Cám lúa mì		124	13[1]		14		11		39
	Sản phẩm ăn kiêng mô phỏng D/E		216	13	18	23	8,2	11	49	64

<sup>a</sup>  $n$  là số phòng thử nghiệm giữ lại sau khi đã trừ ngoại lệ (trong ngoặc vuông là số phòng thử nghiệm ngoại lệ).

<sup>b</sup>  $s_r$  là độ lệch chuẩn lặp lại.

<sup>c</sup>  $s_R$  là độ lệch chuẩn tái lập.

<sup>d</sup>  $RSD_r$  là độ lệch chuẩn tương đối lặp lại.

<sup>e</sup>  $RSD_R$  là độ lệch chuẩn tương đối tái lập.

<sup>f</sup>  $r$  là giới hạn lặp lại:  $r = 2,8 \times s_r$ .

<sup>g</sup>  $R$  là giới hạn tái lập:  $R = 2,8 \times s_R$ .