

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 13769:2023

Xuất bản lần 1

**THỰC PHẨM - XÁC ĐỊNH ANTIMON TRONG TỔ YẾN -
PHƯƠNG PHÁP ĐO PHỔ KHỐI LƯỢNG PLASMA CẢM
ỨNG CAO TẦN (ICP-MS)**

*Food - Determination of Antimony in bird nest - Inductively Coupled Plasma Mass
Spectrometry (ICP-MS) method*

HÀ NỘI - 2023

Lời nói đầu

TCVN 13769:2023 do Trung tâm Kiểm tra vệ sinh thú y Trung ương II - Cục Thú y biên soạn, Bộ Nông nghiệp và Phát triển nông thôn đề nghị, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Thực phẩm – Xác định Antimon trong tổ yến – Phương pháp đo phổ khối lượng plasma cảm ứng cao tần (ICP-MS)

Food - Determination of Antimony in bird nest - Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry (ICP-MS) method

CẢNH BÁO - Khi áp dụng tiêu chuẩn này có thể liên quan đến các vật liệu, thiết bị và các thao tác gây nguy hiểm. Tiêu chuẩn này không đề cập được hết tất cả các vấn đề an toàn liên quan đến việc sử dụng. Người sử dụng tiêu chuẩn này phải tự thiết lập các thao tác an toàn thích hợp và xác định khả năng áp dụng hoặc các giới hạn quy định trước khi sử dụng tiêu chuẩn.

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng antimon (Sb) trong tổ yến bằng phương pháp đo phổ khối lượng plasma cảm ứng cao tần (ICP-MS).

Giới hạn định lượng (LOQ) của phương pháp là 0,05 mg/kg (50 µg/kg).

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau là rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi, bổ sung (nếu có).

3 Nguyên tắc

Phân mẫu thử được phân hủy (thủy phân) ở nhiệt độ cao bằng axit nitric đậm đặc và hydro peroxit trong lò vi sóng ở nhiệt độ 180 °C. Sử dụng máy đo phổ khối lượng plasma cảm ứng cao tần (ICP-MS) để xác định hàm lượng antimon.

4 Thuốc thử và vật liệu thử

Trong tiêu chuẩn này chỉ sử dụng thuốc thử đạt chất lượng tinh khiết phân tích trừ khi có yêu cầu khác.

4.1 Axit nitric (HNO₃) 65 %, loại dùng cho ICP-MS.

4.2 Axit nitric (HNO₃) 1 %, pha loãng 15,4 ml HNO₃ 65 % (4.1) với nước cất siêu sạch và định mức đến vạch 1000 ml.

TCVN 13769:2023

4.3 Hydro peroxit (H_2O_2) 30 %, tinh khiết dùng cho phân tích.

4.4 Nước cất siêu sạch, điện trở suất đạt từ 18,2 M Ω .cm.

4.5 Dung dịch chuẩn antimon (Sb)

4.5.1 Dung dịch antimon (Sb) gốc, nồng độ 1000 mg/l, loại dùng cho ICP-MS.

4.5.2 Dung dịch chuẩn trung gian antimon (C_0), nồng độ 10 mg/l.

Từ dung dịch chuẩn gốc (4.5.1), chuẩn bị dung dịch chuẩn trung gian có nồng độ Sb tương ứng 10 mg/l.

Dùng micropipet hút 100 μ l dung dịch Sb gốc (4.5.1), cho vào bình định mức 10 ml (5.8), làm đầy tới vạch bằng HNO_3 1 % (4.2). Dung dịch này được bảo quản ở 0 °C đến 4 °C hạn sử dụng trong thời gian 6 tháng.

4.5.3 Dung dịch chuẩn trung gian antimon, nồng độ 1 mg/l.

Từ dung dịch chuẩn trung gian (4.5.2), chuẩn bị dung dịch chuẩn trung gian có nồng độ Sb tương ứng 1 mg/l.

Dùng micropipet hút 1000 μ l dung dịch chuẩn trung gian Sb 10 mg/l (4.5.2) cho vào bình định mức 10 ml (5.8), làm đầy tới vạch bằng HNO_3 1 % (4.2). Dung dịch này được bảo quản ở 0 °C đến 4 °C hạn sử dụng trong thời gian 1 tháng.

4.5.4 Dung dịch chuẩn làm việc antimon

Từ dung dịch chuẩn trung gian (4.5.2), chuẩn bị dung dịch chuẩn làm việc có nồng độ Sb tương ứng 1 μ g/l, 2 μ g/l, 5 μ g/l, 10 μ g/l, 20 μ g/l.

Dùng micropipet hút 10 μ l, 20 μ l, 50 μ l, 100 μ l, 200 μ l của dung dịch chuẩn trung gian Sb 10 mg/l (4.5.2) vào 5 bình định mức 100 ml (5.8) từ bình số 2 đến bình số 6, làm đầy tới vạch bằng HNO_3 1% (4.2) để được dãy chuẩn làm việc có nồng độ như bảng sau:

Số thứ tự bình định mức	1	2	3	4	5	6
Thể tích chuẩn trung gian C_0 10 mg/l (4.5.2) (μ l)	0	10	20	50	100	200
Nồng độ chuẩn làm việc (μ g/l)	0	1	2	5	10	20

Dung dịch này sử dụng trong ngày.

4.6 Dung dịch nội chuẩn luteti (Lu)

4.6.1 Dung dịch luteti (Lu) gốc, nồng độ 1000 mg/l, loại dùng cho ICP-MS, sử dụng làm chất nội chuẩn.

4.6.2 Dung dịch nội chuẩn trung gian luteti, nồng độ 10 mg/l.

Từ dung dịch chuẩn gốc (4.6.1), chuẩn bị dung dịch chuẩn trung gian có nồng độ Lu tương ứng 10 mg/l.

Dùng micropipet hút 100 μ l dung dịch Lu gốc (4.6.1), cho vào bình định mức 10 ml (5.8), làm đầy tới vạch bằng HNO₃ 1 % (4.2). Dung dịch này được bảo quản ở 0 °C đến 4 °C hạn sử dụng trong thời gian 6 tháng.

4.6.3 Dung dịch nội chuẩn làm việc

Từ dung dịch chuẩn trung gian (4.6.2), chuẩn bị dung dịch nội chuẩn làm việc có nồng độ Lu tương ứng 5 μ g/l.

Dung dịch nội chuẩn Lu 5 μ g/l: Dùng micropipet hút 50 μ l dung dịch chuẩn trung gian Lu 10 mg/l (4.6.2) vào bình định mức 100 ml (5.8), làm đầy đến vạch bằng HNO₃ 1 % (4.2).

4.7 Dung dịch tối ưu hóa (Tuning solution), loại dùng cho ICP-MS.

Sử dụng dung dịch tối ưu hóa để kiểm tra và tối ưu hóa trong suốt quá trình cài đặt ICP-MS.

CHÚ THÍCH: Có thể sử dụng các dung dịch do nhà sản xuất thiết bị ICP-MS khuyến cáo.

4.8 Khí Argon, độ tinh khiết tối thiểu 99,99 %.

4.9 Khí Heli, độ tinh khiết tối thiểu 99,9999 %.

5 Thiết bị, dụng cụ

Trong tiêu chuẩn này sử dụng các thiết bị, dụng cụ của phòng thử nghiệm thông thường và cụ thể như sau:

5.1 Hệ thống máy đo phổ khối lượng plasma cảm ứng cao tần (ICP-MS), máy đo phổ khối lượng có plasma agon cảm ứng làm việc trong dải khối lượng từ 5 amu đến 240 amu.

5.2 Hệ thống phá mẫu vi sóng dùng cho phân tích kim loại nặng.

5.3 Bể siêu âm.

5.4 Cân phân tích, độ chính xác đến 0,1 mg.

TCVN 13769:2023

5.5 Máy xay mẫu.

5.6 Tủ hút khí độc.

5.7 Micropipet: 0,1 µl đến 10 µl; 10 µl đến 100 µl; 100 µl đến 1000 µl.

5.8 Bình định mức, dung tích: 10 ml, 25 ml, 50ml, 100 ml, 1000ml.

5.9 Tủ lạnh, dải nhiệt độ 0 °C đến 4 °C.

6 Lấy mẫu

Việc lấy mẫu không quy định trong tiêu chuẩn này. Mẫu phòng thử nghiệm nhận được phải là mẫu không bị hư hỏng hoặc thay đổi trong quá trình vận chuyển và bảo quản.

7 Chuẩn bị mẫu

7.1 Chuẩn bị mẫu thử

Mẫu thử được chuẩn bị tối thiểu một lượng khoảng 20 g, bảo quản ở nhiệt độ phòng (20°C đến 25 °C).

7.2 Chuẩn bị mẫu trắng

Mẫu trắng là mẫu tổ yến không có chứa antimon, tiến hành theo quy trình phân tích.

7.3 Chuẩn bị mẫu kiểm soát

Mẫu kiểm soát có nồng độ Sb 50 µg/kg, được chuẩn bị như sau: lấy 0,5 g ± 0,005 g mẫu trắng, thêm 25 µl dung dịch chuẩn trung gian 1 mg/l (4.5.3). Lắc đều, để yên 30 min. Sau đó tiến hành theo quy trình phân tích. Độ thu hồi mẫu kiểm soát khoảng 80 % - 110 %.

8 Cách tiến hành

8.1 Xử lý mẫu

- Đồng nhất mẫu, cân 0,5 g ± 0,005 g mẫu cho vào ống phá mẫu;
- Thêm 2 ml HNO₃ 65 % (4.1) + 0,5 ml H₂O₂ 30 % (4.3), tiến hành trong tủ hút (5.6);
- Đậy kín nắp, để yên mẫu khoảng 15 min, cho vào hệ thống phá mẫu vi sóng (5.2);
- Chu trình cài đặt hệ thống phá mẫu vi sóng: phân hủy mẫu ở nhiệt độ 180 °C, gia nhiệt trong thời gian 10 min, thời gian phân hủy mẫu 10 min và thời gian làm nguội ít nhất 30 min;

TCVN 13769:2023

- Bơm mẫu thử.

Nội chuẩn Lu 5 µg/ml được thêm vào cả dung dịch chuẩn và mẫu trong quá trình chạy máy thông qua bơm nhu động.

8.3 Xây dựng đường chuẩn

Đường chuẩn xây dựng được có dạng phương trình tuyến tính (1), với hệ số xác định yêu cầu đạt $R^2 \geq 0,99$.

$$y = ax + b \quad (1)$$

Trong đó: y là tín hiệu chất phân tích;

x là nồng độ tương ứng của chất chuẩn;

a và b là hệ số trong phương trình tuyến tính.

9 Tính toán và biểu thị kết quả

Hàm lượng antimon trong mẫu, (X) tính bằng microgam trên kilogram (µg/kg) được tính theo công thức sau:

$$X = \frac{(X_0 - X_1) \times V}{m} \times F \quad (2)$$

Trong đó:

X là hàm lượng antimon trong mẫu, tính bằng microgam trên kilogram (µg/kg);

X_0 là nồng độ chất phân tích trong dung dịch mẫu thử tính theo phương trình đường chuẩn (8.3), được tính toán tự động bằng hệ thống ICP-MS, tính bằng microgam trên lít (µg/l);

X_1 là nồng độ chất phân tích trong dung dịch mẫu trắng tính theo phương trình đường chuẩn (8.3), được tính toán tự động bằng hệ thống ICP-MS, tính bằng microgam trên lít (µg/l);

V là thể tích cuối cùng của mẫu thử, tính bằng mililit (ml);

F là hệ số pha loãng mẫu khi đo (nếu không pha loãng $F = 1$);

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

Kết quả được biểu thị đến hai chữ số thập phân sau dấu phẩy.

10 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ:

- Thông tin cần thiết về việc nhận biết đầy đủ mẫu thử;
- Phương pháp lấy mẫu đã sử dụng, nếu có;
- Ngày lấy mẫu (nếu biết);
- Phương pháp thử đã sử dụng, viện dẫn tiêu chuẩn này;
- Ngày kết thúc thử nghiệm;
- Các chi tiết bất thường khác có thể ảnh hưởng tới kết quả thử nghiệm;
- Kết quả thử nghiệm thu được, đơn vị biểu thị kết quả.

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] Quy trình nội bộ VS2/TD-03-05 của Trung tâm Kiểm tra vệ sinh thú y Trung ương II về "Hướng dẫn xác định antimon (Sb) trong mẫu yến sào bằng phương pháp quang phổ nguồn plasma cảm ứng cao tần kết nối khối phổ ICP-MS", 2020.
- [2] AOAC Official Method 2015.01 Heavy Metals in Food - Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometry, First Action 2015.
- [3] AOAC Internal. Appendix F: Guidelines for Standard Method Performance Requirements, Publish 2016.
- [4] TCVN 9525:2018 (EN 13805:2014), Thực phẩm - Xác định các nguyên tố vết - Phân hủy mẫu bằng áp lực.
- [5] TCVN 10912:2015 (EN 15763:2009), Thực phẩm – Xác định các nguyên tố vết – Xác định Asen, Cadimi, Thủy ngân và Chì bằng đo phổ khối lượng plasma cảm ứng cao tần (ICP-MS) sau khi phân hủy bằng áp lực.
- [6] Thẩm định phương pháp trong phân tích hóa học và vi sinh – Trần Cao Sơn, Nhà xuất bản Khoa học và Kỹ thuật Hà Nội, 2010.
-