

**TCVN 6353 : 1998
ISO 12193 - 1994 (E)**

**DẦU, MỠ ĐỘNG VẬT VÀ THỰC VẬT - XÁC ĐỊNH HÀM
LƯỢNG CHÌ - PHƯƠNG PHÁP QUANG PHỔ HẤP THỤ
NGUYÊN TỬ DÙNG LÒ GRAPHIT**

*Animal and vegetable fats and oils – Determination of lead content –
Graphite furnace atomic absorption method*

HÀ NỘI – 1998

Lời nói đầu

TCVN 6353 : 1998 hoàn toàn tương đương với ISO 12193 : 1994 (E);

TCVN 6353 : 1998 do Ban kỹ thuật Tiêu chuẩn TCVN/TC/F2 Dầu mỡ động vật và thực vật biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn - Đo lường - Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học, Công nghệ và Môi trường ban hành.

Dầu, mỡ động vật và thực vật - Xác định hàm lượng chì - Phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử dùng lò graphit

Animal and vegetable fats and oils - Determination of lead content - Graphite furnace atomic absorption method

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định vết chì (0,1 mg/kg) của dầu mỡ động vật và thực vật.

2 Tiêu chuẩn trích dẫn

TCVN 6128 - 1996 (ISO 661 : 1989) Dầu mỡ động vật và thực vật - Chuẩn bị mẫu thử.

TCVN 4851 - 89 (ISO 3696 : 1987) Nước sử dụng trong phòng thí nghiệm - Yêu cầu kỹ thuật và các phương pháp thử

3 Nguyên tắc

Cho bay hơi phần mẫu thử chất béo trong lò graphit được gắn với một máy đo quang phổ hấp thụ nguyên tử đã được hiệu chuẩn trước bằng các dung dịch chuẩn chứa hợp chất hữu cơ của chì. Tính hàm lượng chì từ độ hấp thụ ở bước sóng đã chọn 283,3 nm.

4 Thuốc thử

Chỉ sử dụng các thuốc thử là loại phân tích và nước phù hợp với hạng 2 của TCVN 4851 - 89 (ISO 3696 - 1987).

4.1 Xiclohexan

4.2 Dầu loãng, thí dụ như dầu thực phẩm tinh chế, ở trạng thái lỏng tại nhiệt độ thường.

Bảo quản dầu trong chai polyetylen hoặc chai polypropylen không có kim loại (5.1). Hàm lượng chì trong dầu không được lớn hơn 1 µl/kg;

TCVN 6353 : 1998

Chú thích 1 - Các loại dầu thực phẩm tinh chế có hàm lượng chì nhỏ hơn 1 µl/kg.

4.3 Dung dịch chuẩn gốc

Chuẩn bị một dung dịch chuẩn gốc có hàm lượng chì 10 mg/kg bằng cách pha loãng chuẩn chì - hữu cơ với dầu loãng (4.2).

Chú thích 2 - Mẫu chuẩn thích hợp có thể lấy từ Công ty Dầu Lọc địa, Thành phố Ponca Oklahoma, USA (Conostan, 5000 mg/kg) hoặc ở Merck, D-1600 Darmstadt, Đức (1000 mg/kg).

4.4 Dung dịch chuẩn làm việc

Chuẩn bị trong ngày sử dụng các dung dịch làm việc có hàm lượng chì 0,020 mg/kg, 0,050 mg/kg và 0,100 mg/kg, bằng cách pha loãng dung dịch chuẩn gốc (4.3) với dầu loãng (4.2).

4.5 n-Heptan

4.6 Thay đổi matrix

Hoà tan 2 g lexitin đậu tương có hàm lượng photpho xấp xỉ 2 % (m/m) trong 100 ml xiclohexan

Chú thích 3 - Lexitin thích hợp có sẵn ở Unimills Zwijndrecht, Netheland, hoặc ở Verein Deutscher Oelfabriken, D-6800 Mannheim, Đức (Bolec M), hoặc ở Lucas Meyer GmbH & Co., D-2000 Hamburg, Đức.

4.7 Agon, độ tinh khiết tối thiểu 99,99 %.

Chú thích 4 - Nếu không có sẵn agon, khí nitơ có thể được sử dụng để làm khí làm sạch. Ở nhiệt độ trên 2300°C, khí nitơ tạo thành khí độc hydro xianua, vì thế cần thiết phải thông gió liên tục khu vực lò.

5 Thiết bị, dụng cụ

Sử dụng các thiết bị thí nghiệm thông thường và đặc biệt như sau :

5.1 Chai và nắp đậy bằng polyetylen hoặc polypropylen, không có kim loại, dung tích 20 ml.

Chú thích 5 - Nếu cần thiết chai và nắp đậy bằng polyetylen hoặc polypropylen có thể làm sạch kim loại bằng cách rửa kỹ với dung dịch axit nitric nóng [c(HNO₃) = 1 mol/l], sau đó rửa lại bằng nước và làm khô trong tủ sấy ở nhiệt độ khoảng 80°C.

5.2 Micropipet, dung tích 20 µl.

5.3 Pipet.

5.4 Tủ sấy điện, giữ được nhiệt độ ở 60°C ± 2°C.

5.5 Máy đo quang phổ hấp thụ nguyên tử, được trang bị hoặc chế độ “chiều cao pic” và máy in hoặc chế độ “ghi liên tục” và máy ghi (độ nhạy của toàn thang đo là 0,2 giây), được gắn với một đèn catot rỗng hoặc đèn phóng điện không điện cực và máy hiệu chỉnh nền deteri.

Chú thích 6 - Thích hợp là loại máy đo quang phổ hấp thụ nguyên tử Zemen.

5.6 Lò nguyên tử hoá graphit, đặt trong máy đo quang phổ hấp thụ nguyên tử (5.5), được trang bị một thiết bị điều khiển chương trình nhiệt độ.

5.7 Ống graphit không phủ.

Chú thích 7 - Có thể dùng ống graphit có phủ pyrolitic để nối với tấm pyrolitic.

5.8 Tấm pyrolitic (tùy ý)

6 Lấy mẫu

Mẫu đưa đến phòng thí nghiệm phải đúng là mẫu đại diện, mẫu không hư hỏng, và không thay đổi trong quá trình vận chuyển và bảo quản.

Tiêu chuẩn này không quy định phương pháp lấy mẫu. Lấy mẫu theo ISO 5555.

7 Chuẩn bị mẫu

Chuẩn bị mẫu thử theo TCVN 6128 - 1996 (ISO 661 - 1989).

Không được lọc mẫu

8 Cách tiến hành

Chú thích 8 - Nếu cần thiết kiểm tra độ lặp lại có đạt hay không thì tiến hành hai phép xác định song song dưới điều kiện lặp lại.

8.1 Chuẩn bị thiết bị

8.1.1 Bật máy đo quang phổ hấp thụ nguyên tử (5.5) và máy hiệu chỉnh nền deteri.

8.1.2 Điều chỉnh cường độ của đèn, khe hở (the slit), độ dài bước sóng và độ khuếch đại.

Độ dài bước sóng được quy định là 283,3 nm.

8.1.3 Tối ưu hoá vị trí của lò nguyên tử hoá graphit (5.6) trong máy đo quang phổ hấp thụ nguyên tử (5.5) và cho chạy chương trình quy định của máy điều khiển lò theo bảng 1.

Chú thích 9 - Nếu không điều chỉnh được các máy theo bảng 1, thì sử dụng một chương trình tương đương phù hợp với các máy này. Nếu trong trường hợp không đạt được việc hiệu chỉnh nền thì pha loãng mẫu trắng, dung dịch chuẩn làm

TCVN 6353 : 1998

việc và mẫu thử trong một dung môi dầu hữu cơ (thí dụ như n-heptan) với tỉ lệ tối đa là 1 : 2 (m/m) và tiến hành đo quang phổ ở nhiệt độ thường.

Nếu sử dụng tấm pyrolitic (5.8) thì đặt vào ống graphit (5.7).

Chú thích 10 - Có thể sử dụng cả hai loại có thành đã nguyên tử hoá và tấm pirolitic đã nguyên tử hoá. Tuy nhiên, khi dùng loại thứ hai thì độ chính xác và độ nhạy cao gấp đôi.

Bảng 1 - Chương trình hoạt động của lò nguyên tử hoá graphit

Ống graphit	Giai đoạn	Nhiệt độ trong lò °C	Thời gian tăng giây	Thời gian duy trì, giây	Lưu lượng khí trong lò, ml/phút
Không tấm	1	100	10	20	300
	2	650	60	40	300
	3	1900	0	5	0
	4	2700	1	3	50
Có tấm	1	200	10	20	300
	2	650	60	40	300
	3	1700	0	5	0
	4	2700	1	3	50

8.1.4 Trước mỗi lần bơm mẫu, xử lý đầu pipet (5.3) bằng cách hút vào rồi bỏ đi 20 µl xiclohexan.

Chú thích 11 - Màng của xiclohexan còn dính lại trên thành của đầu pipet tạo thuận lợi cho việc hút mẫu sau này.

8.2 Xử lý trước mẫu thử và các dung dịch đã chuẩn bị

8.2.1 Cho mẫu thử, dầu loãng (4.2) và các dung dịch chuẩn làm việc (4.4) vào tủ sấy (5.4), để ở 60°C ít nhất là 15 phút trước khi xác định.

8.2.2 Lắc kỹ các mẫu thử và các dung dịch trước khi phân tích.

8.3 Xác định

8.3.1 Ống mẫu trắng graphit

Ghi độ hấp thụ của ống graphit và điều chỉnh thiết bị sao cho số đọc tương ứng với độ hấp thụ bằng không.

8.3.2 Dầu loãng dùng cho mẫu trắng

Cân 5,00 g dầu pha loãng đã xử lý (8.2.1) cho vào chai (5.1), thêm 5,00 g matrix (4.6) và lắc cẩn thận.

Bơm 20 µl hỗn hợp vào lò graphit, bắt đầu chạy chương trình và ghi độ hấp thụ.

8.3.3 Chuẩn hoá thiết bị

Cân 5,00 g mỗi loại dung dịch chuẩn làm việc đã được xử lý trước (8.2.1) vào ba chai (5.1), thêm 5,00 g matrix (4.6) vào mỗi chai và lắc cẩn thận.

Bơm 20 µl của một trong ba hỗn hợp vào lò graphit, bắt đầu cho chạy chương trình và ghi độ hấp thụ. Lặp lại quy trình này đối với 2 hỗn hợp còn lại.

8.3.4 Phân tích mẫu thử

Cân 5,00 g mẫu thử đã xử lý (8.2.1) cho vào chai (5.1), thêm 5,00 g matrix (4.6) và lắc cẩn thận.

Bơm 20 µl mẫu thử đã xử lý trước này vào lò graphit, bắt đầu cho chạy chương trình và ghi độ hấp thụ.

8.3.5 Dựng đồ thị chuẩn

Vẽ đường cong chuẩn bằng cách dựng đồ thị độ hấp thụ của mỗi dung dịch chuẩn (8.3.3) đã hiệu chỉnh theo mẫu trắng (8.3.2) và các hàm lượng chì của chúng (tính theo miligam trên kilogram).

Chú thích 12 - Có thể sử dụng những thiết bị phức tạp có hiệu chuẩn tự động.

9 Biểu thị kết quả

9.1 Đo chiều cao của pic trên biểu đồ ghi, hoặc lấy số đọc trên màn hình hoặc máy in.

9.2 Dùng đồ thị chuẩn, xác định hàm lượng chì của mẫu thử.

Biểu thị kết quả theo miligam trên kilogram.

10 Độ chính xác

Độ chính xác của phương pháp đã được liên phòng thí nghiệm quốc tế IUPAC thiết lập, tổ chức năm 1988 và được tiến hành theo TCVN 4550 - 88 (ISO 5725 - 1986).

Trong thử nghiệm này có 20 phòng thí nghiệm đã tham gia và các mẫu thử nghiệm được tiến hành đối với dầu đậu tương và bơ cacao.

Đối với các giá trị thu được đối với giới hạn về độ lặp lại và giới hạn về độ tái lập thì xác suất là 95 %.

10.1 Độ lặp lại

TCVN 6353 : 1998

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử riêng biệt thu được theo cùng một phương pháp, trên cùng một nguyên liệu, trong cùng một phòng thí nghiệm cùng một loại thiết bị, do cùng một người tiến hành trong cùng một khoảng thời gian ngắn, không được lớn hơn giá trị r đưa ra trong bảng 2.

Loại bỏ cả hai kết quả nếu chênh lệch vượt quá giá trị r và tiến hành hai xác định riêng rẽ mới.

10.2 Độ tái lập

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử riêng biệt thu được, theo cùng một phương pháp, trên cùng nguyên liệu, do những nhà phân tích khác nhau tiến hành trong các phòng thí nghiệm khác nhau dùng thiết bị khác nhau, không được lớn hơn giá trị R đưa ra trong bảng 2.

11 Báo cáo kết quả

Báo cáo kết quả phải chỉ rõ :

- phương pháp lấy mẫu (nếu có)
- phương pháp đã sử dụng
- kết quả thử thu được, và
- nếu kiểm tra về độ lặp lại, nêu kết quả cuối cùng thu được.

Báo cáo kết quả cũng phải đề cập đến tất cả các chi tiết thao tác mà không quy định trong tiêu chuẩn này, hoặc tùy ý lựa chọn, cùng với các chi tiết bất thường nào khác có thể ảnh hưởng đến kết quả.

Báo cáo kết quả cũng bao gồm tất cả các thông tin cần thiết về việc nhận biết mẫu thử một cách đầy đủ.

Bảng 2 - Giới hạn độ lặp lại, r và giới hạn về độ tái lập R

Giá trị tính bằng miligam trên kilôgam

Hàm lượng chì	Mẫu	r	R
$W_{Pb} \leq 0,1$	Dầu	$0,19 \sqrt{\bar{W}_{Pb}}$	$0,30 \sqrt{\bar{W}_{Pb}}$
	Mỡ	$0,15 \sqrt{\bar{W}_{Pb}}$	$0,68 \sqrt{\bar{W}_{Pb}}$

Chú thích - $\sqrt{\bar{W}_{Pb}}$ là giá trị trung bình của hai kết quả, tính bằng miligam trên kilôgam

Phụ lục A

(Tham khảo)

Tài liệu tham khảo

- [1] ISO 5555 : 1991 Dầu mỡ động vật và thực vật - Lấy mẫu
 - [2] TCVN 4550 - 88 (ISO 5725 : 1996) Độ chính xác của các phương pháp thử - Xác định độ lặp lại và độ tái lập cho phương pháp thử chuẩn bằng các phương pháp thử của liên phòng thí nghiệm.
-