

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 10093:2013

EN 12498:2005

Xuất bản lần 1

**GIẤY VÀ CÁCHÔNG –
GIẤY VÀ CÁCHÔNG TIẾP XÚC VỚI THỰC PHẨM –
XÁC ĐỊNH CADMI VÀ CHÌ TRONG DỊCH CHIẾT NƯỚC**

*Paper and board – Paper and board intended to come into contact with foodstuffs –
Determination of cadmium and lead in an aqueous extract*

HÀ NỘI – 2013

Lời nói đầu

TCVN 10093:2013 hoàn toàn tương đương với EN 12498:2005.

TCVN 10093:2013 do Ban kỹ thuật Tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC6 Giấy và sản phẩm giấy biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Giấy và cactông – Giấy và cactông tiếp xúc với thực phẩm – Xác định cadmi và chì trong dịch chiết nước

*Paper and board – Paper and board intended to come into contact with foodstuffs –
Determination of cadmium and lead in an aqueous extract*

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này là một trong những tiêu chuẩn thuộc bộ tiêu chuẩn xác định các kim loại nặng có trong dịch chiết nước của giấy và cactông tiếp xúc với thực phẩm. Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định cadmi và chì có trong dịch chiết nước.

Tiêu chuẩn này áp dụng được cho giấy và cactông có hàm lượng kim loại chiết được lớn hơn.

- 0,1 mg/kg đối với cadmi;
- 0,6 mg/kg đối với chì.

CHÚ THÍCH 1 Giới hạn xác định đưa ra ở trên gấp 0,2 lần giới hạn thực tế hiện nay hoặc giới hạn được đề nghị ở Châu Âu.

CHÚ THÍCH 2 Hàm lượng kim loại thấp hơn giá trị đưa ra đây có thể được xác định theo phương pháp này nếu có thiết bị rất nhạy và tất cả các điều kiện thí nghiệm khác đáp ứng được yêu cầu của phép phân tích vết nguyên tố.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn là rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng 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.

TCVN 8207 (EN 645), *Giấy và cactông tiếp xúc với thực phẩm – Chuẩn bị nước chiết lạnh.*

TCVN 10088 (EN 647), *Giấy và cactông tiếp xúc với thực phẩm – Chuẩn bị dịch chiết nước nóng.*

3 Nguyên tắc

Một phần dịch chiết nước lạnh đã được đề ổn định [xem TCVN 8207 (EN 645)] hoặc một phần dịch chiết nước nóng đã được đề ổn định [xem TCVN 10088 (EN 647)] (xem Điều 6) được phân tích bằng thiết bị quang phổ hấp thụ nguyên tử (AAS) sử dụng lò graphit hoặc thiết bị quang phổ phát xạ plasma cặp cảm ứng (ICP).

4 Thuốc thử

4.1 Quy định chung

Tất cả các hóa chất và nước sử dụng đều phải phù hợp với phép phân tích vết nguyên tố.

Bảo quản dung dịch trong chai bằng polyetylen khối lượng riêng cao/polypropylen.

4.2 Axit nitric (HNO₃), 65 % (d= 1,42).

4.2.1 Axit nitric (4.2), pha loãng với nước theo tỷ lệ 1:1 (V/V).

4.2.2 Axit nitric (4.2), pha loãng với nước đến nồng độ 1 % (V/V).

4.3 Axit clohydric (HCl), 36 % (d= 1,19).

4.4 Axit clohydric, dung dịch có nồng độ 0,3 mol/l.

4.5 Cadmi – dung dịch gốc (Cd) = 1 000 mg/l.

Hòa tan 1,142 g cadmi oxit (CdO) vào một thể tích tối thiểu axit nitric (4.2.1). Sau đó bổ sung axit nitric loãng (4.2.2) đến 1 000 ml.

4.6 Chì – dung dịch gốc (Pb) = 1 000 mg/l

Hòa tan 1,598 g chì nitrat (Pb(NO₃)₂) vào một thể tích tối thiểu axit nitric (4.2.1). Sau đó bổ sung axit nitric loãng (4.2.2) đến 1 000 ml.

4.7 Các chất bổ chính nền

4.7.1 Dung dịch amoni dihydro photphat (NH₄H₂PO₄), 100,0 g/l.

4.7.2 Dung dịch Paladi nitrat (Pd(NO₃)₂), 21,7 g/l (= 1 % Pd).

4.7.3 Dung dịch magiê nitrat (Mg(NO₃)₂), 61,0 g/l (= 1 % Mg).

CHÚ THÍCH Có thể sử dụng các dung dịch chuẩn và các chất bổ chính nền đã có sẵn ở dạng thương phẩm, nếu tiện lợi hơn.

4.8 Khí sử dụng cho thiết bị quang phổ hấp thụ nguyên tử

- Nitơ
 - Argon
- } nếu phù hợp

5 Thiết bị, dụng cụ

5.1 Quy định chung

Tất cả các bình, pipet, v.v... phải được rửa sạch bằng axit nitric trước khi sử dụng và được bảo quản trong dung dịch axit nitric loãng (4.2.2) cho đến khi cần. Rửa bằng nước đã khử khoáng trước khi sử dụng.

5.2 Thiết bị, dụng cụ thông thường trong phòng thí nghiệm

5.3 Bình định mức, 1 000 ml.

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

5.5 Micropipet từ 5,0 µl đến 20,0 µl với đầu hút bằng chất dẻo (các chai polyetylen khối lượng riêng cao /polypropylen).

5.6 Thiết bị quang phổ hấp thụ nguyên tử có lò graphit và có hiệu chỉnh nền hoặc thiết bị quang phổ phát xạ nguyên tử plasma cặp cảm ứng có hiệu chỉnh nền và máy phát tần số radio.

6 Chuẩn bị mẫu thử

Chuẩn bị dịch chiết nước lạnh hoặc dịch chiết nước nóng của giấy hoặc cát tông thu được theo phép thử mô tả trong TCVN 8207 (EN 645) hoặc TCVN 10088 (EN 647) tương ứng.

Ôn định dịch chiết bằng cách bổ sung axit nitric (4.2) theo tỷ lệ 1,0 ml cho 100,0 ml mẫu.

Trộn đều dịch chiết nước và lấy một phần để tiến hành phân tích.

Sử dụng các chất bổ chỉnh nền thích hợp (4.7) theo đúng hướng dẫn của nhà sản xuất thiết bị và theo nền phân tích của dịch chiết.

7 Cách tiến hành

7.1 Quy định chung

Các hướng dẫn chi tiết phụ thuộc vào loại thiết bị được sử dụng. Tiến hành theo hướng dẫn của nhà sản xuất thiết bị.

Hiệu chỉnh sự hấp thụ nền bằng cách sử dụng hệ thống phù hợp.

7.2 Chuẩn bị dung dịch chuẩn

Chuẩn bị các dung dịch chuẩn hằng ngày bằng cách pha loãng các dung dịch nguyên tố đơn với axit nitric (4.2.2). Nồng độ được chọn phụ thuộc vào thiết bị được sử dụng và nồng độ dự kiến của dịch chiết. Đối với chì, dung dịch chuẩn có chứa 10,0 µg/l là thích hợp. Đối với cadmi, dung dịch chuẩn có chứa 1,0 µg/l là thích hợp.

Chuẩn bị mẫu trắng hiệu chuẩn có sử dụng tất cả các hóa chất trừ các dung dịch kim loại gốc.

TCVN 10093:2013

7.3 Xác định cadmi và chì

7.3.1 Quy định chung

Tiến hành hai lần chiết song song. Từ mỗi loại dịch chiết tiến hành ít nhất hai lần xác định song song. Xác định hàm lượng của mỗi nguyên tố từ đồ thị đường chuẩn (7.3.2) hoặc bằng cách sử dụng phương pháp thêm chuẩn.

7.3.2 Đường chuẩn

Đường chuẩn phải có ít nhất là 3 điểm và bao trùm toàn bộ khoảng nồng độ sẽ được xác định. Tính nồng độ của nguyên tố từ độ hấp thụ đo được.

7.3.3 Cài đặt thiết bị quang phổ

- Cadmi 228,8 nm
- Chì 217,0 nm hoặc 283,3 nm (hay sử dụng hơn).

7.3.4 Xác định giá trị mẫu trắng

Dùng nước và hóa chất sử dụng trong quá trình chiết để làm mẫu trắng, giá trị của mẫu dịch chiết sẽ được hiệu chỉnh theo giá trị mẫu trắng.

CHÚ THÍCH Mặc dù có thể gặp khó dễ khi yêu cầu nhưng dịch chiết phải được cung cấp cho phòng thí nghiệm cùng với nước được sử dụng cho quá trình chiết. Nếu không, thử nghiệm trắng sẽ không xác định được và như vậy sẽ không được trừ ra khỏi giá trị dịch chiết. Nếu mẫu trắng không hoàn chỉnh được xác định thì phải báo cáo điều này.

8 Biểu thị kết quả

Tính toán kết quả bằng máy tính hoặc đồ thị. Xem xét giá trị thử nghiệm mẫu trắng khi đánh giá kết quả.

Biểu thị kết quả theo mg/kg hoặc mg/dm² giấy.

Tính toán hàm lượng cadmi, chì trong mẫu thử (C_m theo công thức (1), C_s theo công thức (2)) như sau:

$$C_m = C \times V_0 \times \frac{I}{G} \times \frac{100}{100-f} \times \frac{I}{1000} \quad (1)$$

$$C_s = \frac{C}{1000} \times \frac{V_0}{1000} \times \frac{1}{G} \times \frac{b}{100} \quad (2)$$

trong đó

C_m là lượng cadmi hoặc chì hòa tan trong mẫu thử, tính bằng mg/kg;

- C_s là lượng cadmi hoặc chì hòa tan trong mẫu thử, tính bằng mg/dm²;
- C là nồng độ của cadmi hoặc chì được từ đồ thị đường chuẩn, tính bằng µg/l;
- V_0 là tổng thể tích dịch chiết, tính bằng ml;
- b là định lượng của mẫu thử, tính bằng g/m²;
- f là hàm lượng ẩm của mẫu thử, tính bằng %;
- G là khối lượng mẫu thử được lấy trong cùng điều kiện như định lượng, tính bằng g.

CHÚ THÍCH 1 Hàm lượng cadmi và chì trong nước chiết từ giấy và cát tông ban đầu có thể tính được nếu có sẵn các số liệu.

CHÚ THÍCH 2 Việc xác định vết nguyên tố rất nhạy với nhiều nguồn sai số. Do vậy khuyến cáo kiểm tra quá trình thực hiện của hệ thống bằng cách thực hiện với các vật liệu đối chứng chuẩn.

Các dung dịch đối chứng chuẩn đã có sẵn ở dạng thương phẩm.

Cần đặc biệt chú ý đến các yếu tố như các giá trị mẫu trắng cao gây ra do các hóa chất không tinh khiết hoặc các chất biến tính nhiễm tạp trong quá trình thao tác với các dung dịch, do hấp thụ lên thành bình, sự hiệu chỉnh nền không đầy đủ hoặc nồng độ axit của mẫu và dung dịch hiệu chuẩn không phù hợp.

Giới hạn phát hiện sẽ được tính bằng cách đo một số mẫu trắng để tính toán được độ lệch chuẩn của mẫu trắng. Giới hạn phát hiện được xác định bằng ba lần của độ lệch chuẩn này. Giới hạn định lượng bằng ba lần của giới hạn phát hiện.

9 Độ chụm

Từ thử nghiệm liên phòng thí nghiệm ($n=8$) với hai mẫu thử của dịch chiết đã biết lượng cadmi và chì thêm vào của phép thử mô tả ở trên đã cho kết quả độ lệch chuẩn như nêu trong Bảng 1.

Bảng 1

Mẫu thử	Giá trị trung bình		Độ lệch chuẩn (s)		Giá trị đối chứng (lượng cadmi/chì thêm vào)	
	Cd	Pb	Cd	Pb	Cd	Pb
	µg/l	µg/l	µg/l	µg/l	µg/l	µg/l
1	4,95	14,8	0,43	0,19	4,5	15
2	20,3	89,0	2,29	2,03	20	90

10 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải bao gồm các thông tin sau:

- a) Viện dẫn tiêu chuẩn này;
 - b) Phương pháp chiết;
 - c) Loại, nguồn gốc và ký hiệu mẫu thử;
 - d) Ngày lấy mẫu;
 - e) Có tiến hành thử nghiệm mẫu trắng hay không;
 - f) Ngày nhận và ngày phân tích mẫu;
 - g) Kết quả thử;
 - h) Bất kỳ quy trình nào không theo quy định của phương pháp này có ảnh hưởng đến kết quả.
-