

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 8669:2011**

Xuất bản lần 1

**THỰC PHẨM – XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG SELEN BẰNG  
PHƯƠNG PHÁP QUANG PHỔ HẤP THỤ NGUYÊN TỬ  
VỚI KỸ THUẬT HYDRUA HÓA (HG-AAS)**

*Foodstuffs – Determination of selenium content by atomic absorption  
spectrophotometry with hydride generation method (HG-AAS)*

HÀ NỘI – 2011

**Lời nói đầu**

TCVN 8669:2011 do Viện Kiểm nghiệm an toàn vệ sinh thực phẩm quốc gia biên soạn, Bộ Y tế đề nghị, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

## Thực phẩm – Xác định hàm lượng selen bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử với kỹ thuật hydrua hóa (HG-AAS)

*Foodstuffs – Determination of selenium content by atomic absorption spectrophotometry with hydride generation method (HG-AAS)*

### 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng selen trong thực phẩm, bao gồm cả thực phẩm chức năng bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử với kỹ thuật hydrua hóa (HG-AAS).

### 2 Nguyên tắc

Selen trong mẫu được chuyển về dạng vô cơ bằng phương pháp vô cơ hóa mẫu trong lò vi sóng và được phân tích bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử với kỹ thuật hydrua hóa (HG-AAS) ở bước sóng  $\lambda = 196,0 \text{ nm}$ .

### 3 Thuốc thử

Tất cả thuốc thử được sử dụng phải là loại tinh khiết phân tích và không chứa selen. Nước sử dụng phải là nước cất hai lần hoặc nước có độ tinh khiết tương đương, trừ khi có quy định khác.

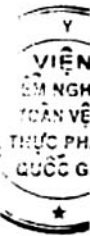
#### 3.1 Dung dịch chuẩn selen

##### 3.1.1 Dung dịch chuẩn gốc, 1 000 $\mu\text{g/ml}$

Chuẩn bị dung dịch chuẩn gốc từ chuẩn selen có độ tinh khiết lớn hơn 99,8 %.

Dung dịch đã pha sẵn có thể bền trong 1 năm khi được bảo quản ở nhiệt độ phòng.

CHÚ THÍCH : Có thể sử dụng dung dịch bán sẵn trên thị trường.



## **TCVN 8669:2011,**

### **3.1.2 Dung dịch chuẩn trung gian, 500 µg/l**

Dùng pipet lấy chính xác 1 ml dung dịch chuẩn gốc (3.1.1) cho vào bình định mức 100 ml. Pha loãng bằng dung dịch HNO<sub>3</sub> 2 % đến vạch, thu được dung dịch A. Lấy chính xác 5 ml dung dịch A cho vào bình định mức 100 ml, pha loãng bằng dung dịch HNO<sub>3</sub> 2 % đến vạch để thu được dung dịch chuẩn trung gian 500 µg/l.

Chuẩn bị dung dịch ngay trước khi sử dụng.

### **3.1.3 Các dung dịch chuẩn làm việc, có nồng độ 5 µg/l, 10 µg/l, 20 µg/l và 25 µg/l**

Dùng pipet lấy chính xác 1 ml dung dịch chuẩn trung gian (3.1.2) lần lượt cho vào từng bình định mức 100 ml, 50 ml, 25 ml, 20 ml. Pha loãng bằng dung dịch axit clohydric 2 % đến vạch.

Chuẩn bị các dung dịch này ngay trước khi sử dụng.

### **3.2 Dung dịch hydroperoxit (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>), 30 %.**

### **3.3 Dung dịch axit nitric (HNO<sub>3</sub>), 65 %.**

### **3.4 Dung dịch axit clohydric (HCl), 5 M.**

### **3.5 Dung dịch axit clohydric (HCl), 2 %.**

### **3.6 Dung dịch hỗn hợp natri bohydrua (NaBH<sub>4</sub>) và natri hydroxit (NaOH)**

Cân 0,5 g natri bohydrua cho vào bình định mức 100 ml, thêm dung dịch natri hydroxit 0,5 % đến vạch.

### **3.7 Khí argon, độ tinh khiết bằng hoặc lớn hơn 99 %.**

### **3.8 Khí axetylen, độ tinh khiết bằng hoặc lớn hơn 99 %.**

## **4 Thiết bị, dụng cụ**

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

### **4.1 Máy quang phổ hấp thụ nguyên tử.**

### **4.2 Bộ hóa hơi hydrua.**

### **4.3 Cuvet thạch anh.**

### **4.4 Lò vi sóng, sử dụng ống teflon, dung tích 100 ml, có thể hoạt động ở áp suất 100 bar và nhiệt độ 200 °C.**

### **4.5 Cân phân tích, có thể cân chính xác đến 0,000 1 g.**

### **4.6 Nồi cách thủy.**

**4.7 Cốc có mỏ, dung tích 100 ml.**

**4.8 Máy trộn mẫu.**

**4.9 Bếp khuấy từ gia nhiệt.**

## **5 Lấy mẫu**

Mẫu được gửi đến phòng thử nghiệm phải là mẫu đại diện. Mẫu không bị hư hỏng hoặc biến đổi trong suốt quá trình bảo quản và vận chuyển.

## **6 Chuẩn bị mẫu thử**

Đối với các loại thực phẩm dạng lỏng thì lắc đều mẫu.

Đối với các loại thực phẩm dạng rắn thì mẫu phải được đồng hóa bằng máy trộn mẫu (4.8).

## **7 Cách tiến hành**

### **7.1 Vô cơ hóa mẫu**

Cân từ 0,3 g đến 2,0 g phần mẫu thử đã được chuẩn bị theo Điều 6, chính xác đến 0,000 1 g, cho vào ống teflon của lò vi sóng (4.4). Thêm khoảng 7 ml dung dịch  $\text{HNO}_3$  (3.3), 1 ml dung dịch  $\text{H}_2\text{O}_2$  (3.2) để trên bếp khuấy từ gia nhiệt (4.9) cho phản ứng xảy ra trước khi đưa vào lò vi sóng (4.4). Cài đặt chương trình vô cơ mẫu cho lò vi sóng tăng từ nhiệt độ phòng đến 200 °C trong 10 min, sau đó giữ ở 200 °C trong 20 min. Sau khi mẫu đã vô cơ hóa, chuyển vào cốc có mỏ 100 ml (4.7) rồi cô cạn trên nồi cách thủy (4.6) đến muối ẩm, thêm dung dịch HCl 2 % (3.5) đến vạch.

Chuẩn bị mẫu trắng theo cách tương tự như trên, nhưng thay thuốc thử bằng nước.

### **7.2 Điều kiện vận hành thiết bị AAS**

Các thông số vận hành dưới đây được coi là thích hợp:

- |   |                                |
|---|--------------------------------|
| – vạch phổ đo selen:                        | 196 nm                         |
| – dòng đốt đèn catot rỗng của nguyên tố Se: | 22 mA (80 % $I_{\max}$ )       |
| – khe đo:                                   | 1,0 nm                         |
| – chiều cao đo:                             | chế độ tự động                 |
| – khí môi trường:                           | argon (3.7)                    |
| – khí đốt:                                  | không khí nén + axetylen (3.8) |

## TCVN 8669:2011

- loại cuvet: cuvet thạch anh (4.3)
- tốc độ bơm mẫu: từ 5 ml/min đến 6 ml/min
- tốc độ bơm dung dịch hỗn hợp  $\text{NaBH}_4$  và  $\text{NaOH}$  (3.6): từ 2 ml/min đến 3 ml/min
- tốc độ bơm dung dịch  $\text{HCl}$  5 M (3.4): từ 2 ml/min đến 3 ml/min
- thời gian đo: 5 s

CHÚ THÍCH: Các thông số về dòng, nồng độ của dung dịch hỗn hợp  $\text{NaBH}_4$  và  $\text{NaOH}$  (3.6) và dung dịch  $\text{HCl}$  5 M (3.4) có thể được điều chỉnh tùy thuộc vào điều kiện thực tế của thiết bị quang phổ hấp thụ nguyên tử được sử dụng.

### 7.3 Dựng đường chuẩn

Sau khi thiết bị cài đặt đã ổn định, tiến hành đo độ hấp thụ của các dung dịch chuẩn làm việc (3.1.3) và dựng đường chuẩn biểu thị mối quan hệ tuyến tính giữa nồng độ selen và độ hấp thụ.

### 7.4 Xác định

Đo độ hấp thụ của phần mẫu thử với cùng điều kiện như phép đo chất chuẩn.

Dựa vào đường chuẩn, xác định hàm lượng selen có trong mẫu.

Nếu độ hấp thụ của mẫu cao hơn độ hấp thụ của chuẩn cao nhất thì phải tiến hành pha loãng mẫu và lặp lại quy trình phân tích.

## 8 Tính kết quả

Hàm lượng selen có trong mẫu thử,  $X$ , được biểu thị bằng microgam trên kilogam ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ ), được tính theo công thức sau đây:

$$X = C_M \times \frac{V}{m} \times K$$

trong đó:

$V$  là thể tích dung dịch mẫu thử pha loãng cuối cùng, tính bằng mililit (ml);

$C_M$  là nồng độ selen trong dung dịch mẫu thử bơm vào, tính bằng microgam trên lit ( $\mu\text{g}/\text{l}$ );

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

$K$  là hệ số pha loãng.

## 9 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thu được của hai lần thử nghiệm độc lập riêng rẽ, khi sử dụng cùng một phương pháp, phân tích trên cùng vật liệu thử, do cùng một người tiến hành trong cùng một

phòng thử nghiệm, sử dụng cùng thiết bị, trong một khoảng thời gian ngắn, không quá 20 % giá trị trung bình của hai kết quả.

## 10 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ:

- mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu thử;
- phương pháp lấy mẫu đã sử dụng, nếu biết;
- phương pháp thử đã dùng, viện dẫn tiêu chuẩn này;
- tất cả các chi tiết thao tác 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;
- kết quả thử nghiệm thu được;
- nếu kiểm tra độ lặp lại, nêu kết quả cuối cùng thu được.

**Thư mục tài liệu tham khảo**

- [1] AOAC 986.15 *Arsenic, Cadmium, Lead, Selenium and Zinc in Human and Pet Foods. Multielement Method.*
-