

## Lời nói đầu

Xuất bản lần 1

TCVN 7768-1:2007 hoàn toàn tương đương với ISO 6561-1:2005;

TCVN 7768-1:2007 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn TCVN/TC/F10 *Rau quả và sản phẩm rau quả* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

TCVN 7768:2007 (ISO 6561:2005) *Rau, quả và sản phẩm rau, quả – Xác định hàm lượng cadimi, bao gồm các phần sau đây:*

- Phần 1: Phương pháp đo phổ hấp thụ nguyên tử dùng lò graphit;
- Phần 2: Phương pháp đo phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa.

# Rau, quả và sản phẩm rau, quả – Xác định hàm lượng cadimi

## Phần 1: Phương pháp đo phổ hấp thụ nguyên tử dùng lò graphit

*Fruits, vegetables and derived products – Determination of cadmium content*

*Part 1: Method using graphite furnace atomic absorption spectrometry*

### 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định hàm lượng cadimi trong rau, quả và sản phẩm rau, quả bằng đo phổ hấp thụ nguyên tử dùng lò graphit.

### 2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau là rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm ban hành thì áp dụng phiên bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm ban hành thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi.

ISO 5515:1979 Fruits, vegetables and derived products – Decomposition of organic matter prior to analysis – Wet method (Rau quả và sản phẩm rau quả. Phân hủy các chất hữu cơ trước khi phân tích. Phương pháp ướt)

### 3 Nguyên tắc

Các chất hữu cơ được phân huỷ bằng phương pháp ướt và cadimi hoà tan được xác định bằng quang phổ hấp thụ nguyên tử dùng lò graphit.

### 4 Thuốc thử

Các thuốc thử được sử dụng phải là loại tinh khiết phân tích và không chứa cadimi, ngoại trừ cadimi sulfat hydrat hoá (4.8) và các dung dịch cadimi chuẩn (4.9 và 4.10). Chỉ sử dụng nước cất hai lần bằng thiết bị cất thuỷ tinh bo silicat hoặc tối thiểu là nước có độ tinh khiết tương đương.



4.1 Axit sulfuric, đặc,  $\rho_{20} = 1,84$  g/ml.

4.2 Axit nitric,  $\rho_{20} = 1,38$  g/ml.

4.3 Axit pecloric,  $\rho_{20} = 1,67$  g/ml.

4.4 Axit sulfuric, loãng, 10% (phần thể tích).

4.5 EDTA (muối dinatri, axit etylendiamintetraaxetic), dung dịch 0, 20 mol/l.

4.6 Dung dịch đệm, pH 9.

Hoà tan 5,4 g amoni clorua trong nước và chuyển vào bình định mức một vạch 100 ml. Thêm 35 ml dung dịch amoni 25 % (phần thể tích) và đổ nước đến vạch.

4.7 Eriocrom T đen, 1 % (phần khối lượng) được trộn với natri clorua.

4.8 Cadimi sulfat ngậm tám phân tử nước ( $3\text{CdSO}_4 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ ).

Nồng độ của cadimi sulfat được kiểm tra lại như sau:

Cân chính xác 102,6 mg cadimi sulfat hydrat hoá, chuyển lượng này vào bình nón bằng nước và lắc cho đến khi hoà tan hoàn toàn. Thêm 5 ml dung dịch đệm (4.6) và khoảng 20 mg hỗn hợp eriocrom T đen (4.7). Chuẩn độ bằng dung dịch EDTA (4.5) cho đến khi đạt tới điểm kết thúc thể hiện bằng chuyển thành màu xanh.

Thể tích của EDTA được sử dụng phải là 20 ml. Nếu thể tích sai khác, hiệu chuẩn lại khối lượng cadimi sulfat dùng để chuẩn bị dung dịch cadimi chuẩn (4.9).

4.9 Dung dịch cadimi chuẩn, tương đương với 1,0 mg cadimi trên mililit.

4.10 Dung dịch cadimi chuẩn, chứa 0,05 mg cadimi trên lit.

Dùng pipet, chuyển 10 ml dung dịch cadimi chuẩn (4.9) vào bình định mức một vạch 1 000 ml và pha loãng bằng nước đến vạch. Chuyển 5 ml dung dịch này vào một bình định mức một vạch 1 000 ml khác và pha loãng đến vạch bằng axit sulfuric loãng (4.4).

1 ml dung dịch chuẩn này chứa 0,05  $\mu\text{g}$  cadimi.

## 5 Thiết bị, dụng cụ

Dụng cụ thủy tinh sử dụng phải được rửa trước bằng axit nitric đặc nóng và tráng bằng nước.

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



**5.1 Bình đáy tròn, dung tích 1 000 ml.**

**5.2 Bình định mức một vạch, dung tích 50 ml.**

**5.3 Pipet một vạch hoặc pipet chia độ, dung tích thích hợp.**

**5.4 Phễu và giấy lọc không tro.**

**5.5 Bình nón.**

**5.6 Buret, dung tích 25 ml, chia vạch tới 0,1 ml.**

**5.7 Máy đo quang phổ hấp thụ nguyên tử, gồm có lò graphit, thiết bị hiệu chỉnh nền, thiết bị ghi và đèn catot cadimi rỗng, thích hợp để xác định bước sóng 228,8 nm.**

**5.8 Micropipet Eppendorf, dung tích 5  $\mu$ l, 10  $\mu$ l, 20  $\mu$ l, 25  $\mu$ l và 50  $\mu$ l, có các đầu tip Eppendorf chuẩn không màu.**

Một số micropipet Eppendorf sai số khoảng 10 % hoặc hơn. Nên sử dụng cùng một pipet cho dung dịch thử nghiệm, dung dịch trắng và dung dịch hiệu chỉnh, trừ khi chúng được hiệu chỉnh riêng cho từng loại.

**5.9 Cân phân tích.**

**5.10 Máy nghiền cơ, có lớp lót và các lưỡi dao bên trong làm từ polytetrafluoroetylen (PTFE).**

## **6 Lấy mẫu**

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

Việc lấy mẫu không quy định trong tiêu chuẩn này. Nếu không có tiêu chuẩn quy định riêng cho sản phẩm liên quan đến sản phẩm được xác định, các bên có liên quan thoả thuận về vấn đề này.

## **7 Cách tiến hành**

### **7.1 Chuẩn bị mẫu thử**

Trộn kỹ mẫu phòng thử nghiệm. Nếu cần, trước hết loại bỏ hạt, vỏ cứng của hạt và cho mẫu phòng thử nghiệm qua máy nghiền cơ (5.10).

Cho sản phẩm lạnh đông hoặc lạnh đông sâu tan bằng trong bình kín và chuyển toàn bộ nước tan ra vào máy trộn.



## 7.2 Phân mẫu thử

### 7.2.1 Sản phẩm dạng lỏng

Dùng pipet lấy 10 ml mẫu thử (7.1).

Cũng có thể lấy phần mẫu thử theo khối lượng bằng cách cân một lượng mẫu thử chính xác tới 0,01 g.

### 7.2.2 Sản phẩm dạng rắn và bán rắn

Cân một lượng khoảng 10 g mẫu thử (7.1) của sản phẩm tương ứng, chính xác tới 0,01 g.

## 7.3 Phân huỷ

Chuyển phần mẫu thử (7.2) vào một bình đáy tròn (5.1). Nếu phần mẫu thử dạng lỏng (7.2.1) và có chứa etanol, đầu tiên loại cần etanol bằng cách đun sôi và sau đó để nguội. Thêm 10 ml axit nitric (4.2), đun nóng và sau đó cẩn thận thêm 5 ml axit sulfuric đậm đặc (4.1). Qui trình được mô tả trong ISO 5515:1979, 6.3.1, từ đoạn thứ hai đến đoạn thứ tám.

Khi đã phân huỷ hoàn toàn, lọc dung dịch mẫu, đã pha loãng với vài millilit nước, qua một giấy lọc không tro (5.4) mà đã được tráng trước bằng axit clohydric và nước. Thu dịch lọc vào bình định mức một vạch 50 ml (5.2), rửa bình đáy tròn (5.1) và giấy lọc bằng vài millilit nước và thu nước rửa vào cùng bình định mức. Lắc, để nguội, và pha loãng đến vạch. Trộn bằng cách lắc.

## 7.4 Phép thử trắng

Tiến hành phép thử trắng bằng việc lặp lại quá trình phân huỷ (7.3), nhưng thay phần mẫu thử bằng 10 ml nước.

## 7.5 Xác định

### 7.5.1 Đặt chương trình cho lò graphit

Đặt chương trình lò graphit để đáp ứng được ba quá trình vận hành sau đây:

- làm khô dung dịch;
- phân huỷ bằng nhiệt;
- nguyên tử hoá;
- tăng nhiệt độ tối đa để làm sạch lò.



Các điều kiện đưa ra như sau:

- làm khô ở 100 °C trong 25 s;
- chuyển ngay tới giai đoạn phân huỷ bằng nhiệt ở 450 °C trong 30 s;
- nguyên tử hoá trong 7 s ở 1 900 °C, sau đó tăng nhanh đến nhiệt độ qui định. Trong suốt giai đoạn này, thiết bị phải ghi được sự hấp thụ tối đa và sự thay đổi trong quá trình hấp thụ. Khoảng thời gian mà các nguyên tử tồn tại trong lò được có thể tăng lên bằng cách giảm tốc độ dòng nitơ ("vi dòng") hoặc bằng cách ("dùng khí");
- tăng nhiệt độ đến tối đa (2 700 °C) để làm sạch lò bằng khí nitơ vào lúc kết thúc quá trình phân huỷ.

### 7.5.2 Dụng đường chuẩn

Chuẩn bị dung dịch hiệu chuẩn có nồng độ cadimi là 5 µg/l, 10 µg/l và 20 µg/l bằng việc pha loãng thích hợp dung dịch cadimi chuẩn (4.10). Bơm lần lượt vào trong lò, được chương trình hóa theo 7.5.1, bằng micropipet (5.8) lắp khít với đầu tip, 50 µl cho mỗi dung dịch hiệu chuẩn này. Xác định độ hấp thụ từ chiều cao của các pic đã được ghi lại. Tính toán độ hấp thụ trung bình từ các kết quả của ba lần bơm vào lò. Độ hấp thụ như vậy được xác định lần lượt tương ứng với 0,000 25 µg, 0,000 5 µg và 0,001 µg cadimi. Dụng đường chuẩn có các trục tung là giá trị độ hấp thụ và trục hoành là nồng độ cadimi tương ứng.

### 7.5.3 Xác định dung dịch thử

Dùng micropipet (5.8) có lắp đầu tip bơm lần lượt ba lần vào lò, đã đặt chương trình theo 7.5.1, thể tích tương ứng của dung dịch mẫu đã phân huỷ thu được trong 7.3. Ghi lại các độ hấp thụ tương ứng. Tính toán giá trị hấp thụ trung bình và từ đường chuẩn đọc lượng cadimi có trong 50 µl dịch thử đã bơm vào.

### 7.5.4 Xác định dung dịch thử trắng

Dùng micropipet (5.8) có lắp đầu tip bơm lần lượt ba lần vào trong lò, đã đặt chương trình theo 7.5.1, thể tích tương ứng của dung dịch thử trắng (7.4). Độ hấp thụ phải là không (zero) hoặc nhỏ hơn 0,005. Nếu cần, loại giá trị trung bình của ba giá trị của độ hấp thụ của các dịch thử trắng từ độ hấp thụ trung bình của dịch thử được xác định trong 7.5.3 trước khi sử dụng đường chuẩn (7.5.2) để thu nhận hàm lượng cadimi của dung dịch.

## 8 Biểu thị kết quả

### 8.1 Phương pháp tính và công thức

#### 8.1.1 Sản phẩm dạng lỏng

Hàm lượng cadimi trong mẫu, biểu thị bằng miligam trên lít sản phẩm, tính theo công thức sau đây:



trong đó  $m_1$  là khối lượng cadimi thu được trong thể tích phần mẫu thử được bơm vào, đọc từ đường chuẩn, tính bằng microgam.

### 8.1.2 Sản phẩm dạng rắn và bán rắn

Hàm lượng cadimi trong mẫu, biểu thị bằng miligam trên kilogam sản phẩm, được tính bằng công thức sau đây:

$$\frac{m_1 \times 1000}{m_0} \quad (2)$$

trong đó

$m_0$  là khối lượng của phần mẫu thử (7.2.2), tính bằng gam;

$m_1$  là khối lượng cadimi thu được trong thể tích phần mẫu thử được bơm vào, đọc từ đường chuẩn, tính bằng gam.

## 8.2 Phương pháp khác để biểu thị kết quả

Để biểu thị hàm lượng cadimi theo chất khô cần thay đổi công thức tính cho phù hợp.

## 9 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa các kết quả của hai phép thử đơn lẻ độc lập, thu được khi sử dụng cùng một phương pháp trên vật liệu thử giống hệt nhau trong cùng một phòng thử nghiệm do một người thực hiện sử dụng cùng thiết bị thực hiện trong một khoảng thời gian ngắn, không quá 5 % trường hợp lớn hơn 10 % trung bình cộng 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 nghiệm đã dùng cùng với viện dẫn tiêu chuẩn này;
- mọi chi tiết thao tác không được quy định trong tiêu chuẩn này hoặc những điều được coi là tùy ý cũng như các sự cố bất kỳ mà có thể ảnh hưởng đến kết quả;
- kết quả thử nghiệm thu được hoặc nếu đáp ứng yêu cầu về độ lặp lại thì ghi kết quả cuối cùng thu được.