

## Lời nói đầu

TCVN 7603:2007 được xây dựng trên cơ sở AOAC 973.34 *Cadmium in Food. Atomic absorption spectrophotometric method*;

TCVN 7603:2007 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn TCVN/TC/F13 *Phương pháp phân tích và lấy mẫu* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

# Thực phẩm – Xác định hàm lượng cadimi bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử

*Foods – Determination of cadmium content by atomic absorption spectrophotometric method*

## 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định hàm lượng cadimi trong thực phẩm bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử.

## 2 Nguyên tắc

Phần mẫu thử được phân hủy bằng axit nitric (3.1), axit sulfuric (3.10) và hydro peroxit (3.2). Chỉnh pH đến khoảng 9 rồi chiết tất cả các kim loại bằng dung dịch dithizon-clorofom (3.5). Cadimi được tách ra bằng rửa giải trong dung dịch clorofom (3.7) bằng axit clohydric loãng (3.8) và được xác định bằng cách đo quang phổ hấp thụ nguyên tử ở bước sóng 228,8 nm.

## 3 Thuốc thử

Trong suốt quá trình phân tích, chỉ sử dụng thuốc thử được công nhận đạt chất lượng tinh khiết phân tích và nước cất hoặc nước có chất lượng tương đương, trừ khi có qui định khác.

**3.1 Axit nitric ( $\text{HNO}_3$ ), 8 M, chứa một lượng rất nhỏ chì và cadimi.**

**3.2 Hydro peroxit 50 % ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ).**

**3.3 Axit xitric ngậm 1 phân tử nước ( $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ), loại tinh thể mịn.**

**3.4 Chất chỉ thị xanh thymol**

Nghiền nhỏ 0,1 g chất chỉ thị trong dụng cụ nghiền (4.1) với 4,3 ml natri hydroxit (3.6). Pha loãng bằng nước tới 200 ml trong bình (4.2) có nắp thủy tinh.

### 3.5 Dung dịch dithizon

#### 3.5.1 Dung dịch đậm đặc, 1 mg/ml

Chuẩn bị 200 ml trong clorofom (3.7).

#### 3.5.2 Dung dịch loãng, 0,2 mg/ml

Pha loãng dung dịch đậm đặc theo tỷ lệ 1+4 bằng clorofom (3.7). Chuẩn bị dung dịch trong ngày sử dụng.

### 3.6 Natri hydroxit (NaOH), 0,05 M.

### 3.7 Clorofom (CHCl<sub>3</sub>).

### 3.8 Axit clohydric (HCl), 0,2 M và 2 M.

### 3.9 Dung dịch cadimi chuẩn

#### 3.9.1 Dung dịch gốc, 1,0 mg/ml

Hòa tan 1,000 g cadimi trong 165 ml axit clohydric 2 M (3.8) trong bình định mức 1 lít (4.2). Pha loãng bằng nước đến vạch.

#### 3.9.2 Dung dịch trung gian, 10 µg/ml.

Pha loãng 10 ml dung dịch gốc (4.9.1) bằng axit clohydric 2 M (3.8) đến 1 lít. Chuẩn bị dung dịch ngay trước khi sử dụng.

#### 3.9.3 Dung dịch làm việc

Pha loãng 0 ml, 1 ml, 5 ml, 10 ml và 20 ml dung dịch trung gian bằng axit clohydric 2 M (3.8) đến 100 ml (các dung dịch này chứa hàm lượng cadimi tương ứng 0 µg/ml; 0,1 µg/ml; 0,5 µg/ml; 1,0 µg/ml và 2,0 µg/ml).

### 3.10 Axit sulfuric (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>).

### 3.11 Amoni hydroxit (NH<sub>4</sub>OH) đậm đặc.

## 4 Thiết bị, dụng cụ

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



Các dụng cụ thủy tinh mới và dụng cụ thủy tinh đã dùng để đựng cadimi phải được rửa sạch bằng axit nitric 8 M (3.1) và tráng lại bằng nước. Đây các cốc dùng để thử nghiệm bằng mặt kính đồng hồ trong khi thao tác.

#### 4.1 Dụng cụ nghiên phòng thử nghiệm..

#### 4.2 Bình định mức một vạch, 200 ml, 1 000 ml.

#### 4.3 Cốc có mỏ, dung tích 400 ml, 1 000 ml và 1 500 ml.

#### 4.4 Bếp đun.

#### 4.5 Bông thủy tinh.

#### 4.6 Bể nước đá.

#### 4.7 Thiết bị chiết.

#### 4.8 Máy quang phổ hấp thụ nguyên tử, gồm đèn catốt Cd rỗng và đầu đốt ngọn lửa không khí-C<sub>2</sub>H<sub>2</sub> chiều dài 10 cm; bước sóng 228,8 nm, dải đo từ 0 µg/ml đến 2,0 µg/ml.

#### 4.9 Bi thủy tinh hoặc các hạt chống sôi trào.

#### 4.10 Chai rửa/bình tia phòng thử nghiệm.

### 5 Cách tiến hành

#### 5.1 Phân hủy mẫu

Cân 50,0 g phần mẫu thử chuyển vào cốc có mỏ (4.3) dung tích 1 500 ml. Thêm vài viên bi thủy tinh (4.9), cẩn thận thêm 25 ml axit nitric (3.1), đậy nắp và đun nhẹ bằng bếp đun (4.4) để cho phản ứng xảy ra. Khi phản ứng bắt đầu giảm, thêm 25 ml axit nitric (3.1), đun ấm lại và tiếp tục thêm cho đến khi bổ sung hết 100 ml axit nitric (3.1) (có thể cẩn thận cho tất cả 100 ml axit nitric (3.1) một lần và để yên ở nhiệt độ phòng qua đêm). Gia nhiệt cho đến khi phần lớn khói nito (II) oxit được thoát hết, khống chế sự trào bọt bằng cách làm lạnh hoặc bằng bình tia phòng thử nghiệm (4.10). Một số xenlulo và chất béo nếu có, có thể tồn tại ở dạng không hòa tan.

Để loại hết các chất béo có thể nhìn thấy trong dung dịch nóng, tiến hành như sau: làm lạnh cốc có mỏ trong bể nước đá (4.6) và gạn lấy nước trong, cho phần dịch lỏng từ các chất béo ngưng kết và chất rắn chảy qua lớp bông thủy tinh (4.5) vào cốc có mỏ 1 000 ml (4.3). Cho 100 ml nước vào cốc có mỏ 1 500 ml (4.3) có chứa chất béo, đun nóng, xoay mạnh cốc để rửa chất béo, làm lạnh và lọc như trên. Rửa phễu lọc và lớp bông thủy tinh bằng khoảng 20 ml nước.

Thêm 20 ml axit sulfuric (3.10) vào phần mẫu thử, pha loãng bằng nước đến 300 ml và làm bay hơi bằng ngọn lửa lớn cho đến khi bắt đầu cháy thành than. Khi bắt đầu cháy mạnh thành than, cẩn thận bổ sung 1 ml hydro peroxit (3.2). Để phản ứng giảm xuống rồi thêm phần chất oxy hóa tiếp theo và mỗi lần thêm không quá 1 ml. Tiếp tục thêm các phần hydro peroxit (3.2) cho đến khi dung dịch mất màu. Đun sôi mạnh cho đến khi xuất hiện khói  $\text{SO}_3$ , bổ sung thêm các phần hydro peroxit (3.2) để loại bỏ than. Đun sôi mạnh cho đến khi đuổi hết hydro peroxit. Làm nguội dịch phân hủy không màu đến nhiệt độ phòng.

Chuẩn bị thuốc thử trắng của 100 ml axit nitric (3.1), 20 ml axit sulfuric (3.10) và các lượng nước tương tự như đã được thêm vào phần mẫu thử. Cẩn thận bổ sung các lượng tương tự hydro peroxit (3.2) như trên và loại bỏ tất cả axit nitric ra khỏi mẫu trắng. Tiến hành thử mẫu trắng giống như đã thực hiện đối với phần mẫu thử.

## 5.2 Chiết

Thêm 2 g axit xitric (3.3) vào dịch phân hủy đã làm nguội và cẩn thận pha loãng bằng nước đến khoảng 25 ml. Thêm 1 ml chất chỉ thị xanh thymol (3.4) và chỉnh pH về khoảng 8,8 bằng cách bổ sung từ từ amoni hydroxit (3.11) trong khi làm lạnh trong bể nước đá (4.6) cho đến khi dung dịch chuyển từ màu lục hơi vàng sang màu xanh lam nhẹ. Chuyển toàn bộ lượng này vào thiết bị chiết (4.7) 250 ml, dùng nước để tráng và pha loãng bằng nước đến khoảng 150 ml.

Làm lạnh dung dịch và chiết hai lần bằng dung dịch dithizon đậm đặc (3.5.1), mỗi lần dùng 5 ml, lắc mỗi lần 1 phút đến 2 phút. Tiếp tục chiết nhiều lần bằng dung dịch dithizon loãng (3.5.2) mỗi lần dùng 5 ml, tới khi 5 ml dithizon cuối cùng không thấy đổi màu. Trộn các phần dịch chiết dithizon trong thiết bị chiết (4.7) 125 ml; rửa bằng 50 ml nước và chuyển dung môi sang thiết bị chiết (4.7) 125 ml khác. Dịch chiết bằng nước được rửa bằng 5 ml clorofom (3.7) và thêm dịch này vào dịch chiết dithizon. Thêm 50 ml axit clohydric 0,2 M (3.8) vào hỗn hợp dịch chiết dithizon, lắc mạnh trong 1 phút và để tách lớp; loại bỏ lớp dithizon. Rửa dịch lỏng bằng 5 ml clorofom (3.7) và loại bỏ clorofom. Chuyển lượng dịch lỏng này vào cốc 400 ml (4.3), thêm vài viên bi thủy tinh (4.9) và làm bay hơi từ từ đến khô. Tráng cẩn thận thành cốc từ trên xuống bằng 10 ml đến 20 ml nước và làm bay hơi lại cho đến khô hẳn.

## 5.3 Xác định

Thiết lập các điều kiện tối ưu cho thiết bị, sử dụng ngọn lửa oxi hóa không khí axetylen và bước sóng cộng hưởng 228,8 nm. Hòa tan phần cặn khô trong 5,0 ml axit clohydric 2 M (3.8) và xác định độ hấp thụ A của mẫu thử và của các dung dịch chuẩn dùng axit clohydric 2 M (3.8) làm mẫu trắng. Rửa đầu đốt bằng nước giữa các lần đọc kết quả. Sử dụng thang đo mở rộng để thu được 4 lần đến 10 lần độ mở rộng.



## 6 Tính kết quả

Xác định hàm lượng cadimi từ đồ thị chuẩn dựa vào độ hấp thụ A tương ứng với hàm lượng cadimi là  $\mu\text{g/ml}$ .

Hàm lượng cadimi, X, tính bằng  $\mu\text{g/g}$  theo công thức sau:

$$X = \frac{m_1 \times v}{m_2}$$

trong đó

$m_1$  là hàm lượng cadimi tương ứng với độ hấp thụ A, tính bằng microgam trên mililit;

$v$  là thể tích axit clohydric 2 M (3.8) đã sử dụng, tính bằng mililit;

$m_2$  là khối lượng phần mẫu thử, tính bằng gam.

Đối với hàm lượng cadimi lớn hơn  $2,0 \mu\text{g/ml}$ , thì pha loãng dung dịch với axit clohydric 2 M (3.8).

## 7 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải chỉ ra:

- 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 sử dụng và viện dẫn tiêu chuẩn này;
- mọi chi tiết thao tác không qui định trong tiêu chuẩn này, cùng với các chi tiết bất thường nào khác có thể ảnh hưởng tới kết quả;
- các kết quả thử nghiệm thu được.