

DETERMINATION OF THE MIGRATION OF HEAVY METALS FROM PLASTIC FOOD PACKAGING BY ATOMIC ABSORPTION SPECTROSCOPY METHOD

Mai Thanh Binh, Diep Ngoc Suong

Sac Ky Hai Dang Science – Technology Services Company

Nowadays, the need of food packaging to contain and protect food is incessantly growing due to its convenient features and ease of use. However, the quality of food packaging must be controlled because it may contain chemicals such as heavy metals, toxic organic compounds... which leach into foods.

This report refers to the quantification of heavy metals As, Cd, Pb, Hg, Cr migrating from plastic food packaging by Atomic Absorption Spectroscopy (AAS) according to established methods of analysis. Additionally, modern accurate analytical equipments such as Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectroscopy (ICP-OES), Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry (ICP-MS) are also used in the identification and quantification of heavy metals which migrate from plastic food packaging

XÁC ĐỊNH CÁC KIM LOẠI NẶNG THÔI NHIỄM TỪ BAO BÌ NHỰA CHỨA THỰC PHẨM BẰNG PHƯƠNG PHÁP QUANG PHỔ HẤP THU NGUYÊN TỬ

Mai Thanh Bình, Diệp Ngọc Sương

Công ty Dịch Vụ Khoa học Công nghệ Sắc ký Hải Đăng

Ngày nay, nhu cầu sử dụng bao bì thực phẩm ngày càng lớn, với đặc điểm tiện lợi, dễ sử dụng, bao bì được sử dụng để bảo vệ, chứa đựng thức phẩm. Tuy nhiên, chất lượng bao bì cần phải được kiểm soát, vì các loại bao bì có thể chứa các chất thôi nhiễm vào thực phẩm. Các chất thôi nhiễm có thể là các kim loại nặng, các chất hữu cơ độc hại...

Báo cáo này đề cập tới việc định lượng các kim loại nặng As, Cd, Pb, Hg, Cr thôi nhiễm từ bao bì nhựa bằng phương pháp quang phổ hấp thu nguyên tử (AAS) theo các quy trình xử lý mẫu đã được khảo sát. Ngoài ra, các thiết bị phân tích như quang phổ phát xạ plasma (ICP-OES), khối phổ plasma cảm ứng (ICP-MS) cũng được sử dụng để xác định các kim loại nặng thôi nhiễm từ bao bì thực phẩm.

1. ĐẶT VẤN ĐỀ

Bao bì thực phẩm với đặc điểm tiện lợi, dễ sử dụng được dùng để bảo vệ, chứa đựng thực phẩm. Tuy nhiên việc sử dụng bao bì cần phải kiểm soát các thành phần thôi nhiễm hóa học từ bao bì. Các bao bì chứa đựng thực phẩm có thể thôi nhiễm các kim loại nặng As, Cd, Pb, Hg, Cr vào thực phẩm. Do đó việc sử dụng các kỹ thuật phân tích và quy trình xử lý mẫu để định lượng hàm lượng kim loại nặng thôi nhiễm từ bao bì là điều cần thiết. Thiết bị quang phổ hấp thu nguyên tử là một trong những thiết bị phân tích có độ chính xác, sử dụng phổ biến trong phân tích kim loại nặng. Kết hợp các quy trình xử lý mẫu theo quy định và phân tích bằng thiết bị quang phổ hấp thu nguyên tử để đạt được kết quả tin cậy trong phân tích thôi nhiễm kim loại nặng trong bao bì bằng nhựa là mục tiêu của báo cáo này.

2. CÁC QUY CHUẨN SỬ DỤNG

Một số quy chuẩn, quy định mức giới hạn cho phép của các kim loại nặng thôi nhiễm trong thực phẩm ở Việt Nam và nước ngoài. Bên cạnh đó một số quy chuẩn có đưa ra các phương pháp trích ly các kim loại thôi nhiễm, điều kiện trích ly về thời gian, nhiệt độ, dung môi sử dụng cho trích ly. Có thể kể đến các quy chuẩn và quy định sau:

QCVN 12-1:2011/BYT: về an toàn vệ sinh đối với bao bì, dụng cụ bằng nhựa tổng hợp tiếp xúc trực tiếp với thực phẩm.

QCVN 12-2:2011/BYT: về an toàn vệ sinh đối với bao bì, dụng cụ bằng cao su tiếp xúc trực tiếp với thực phẩm.

QCVN 12-3:2011/BYT: về an toàn vệ sinh đối với bao bì, dụng cụ bằng kim loại tiếp xúc trực tiếp với thực phẩm.

84/500/EEC: Council Directive of 15 October 1984 on the approximation of the laws of the Member States relating to ceramic articles intended to come into contact with foodstuffs

2002/72/EC: Commission Directive of 6 August 2002 relating to plastic materials and articles intended to come into contact with foodstuffs.

3. THỰC NGHIỆM XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG KIM LOẠI NẶNG THÔI NHIỄM Cd, Pb TỪ BAO GÓI THỰC PHẨM BẰNG NHỰA TẠI CÔNG TY SẮC KÝ HẢI ĐĂNG

3.1. Hóa chất và thiết bị

3.1.1. Hóa chất

- Yêu cầu chung về thuốc thử: loại tinh khiết phân tích không chứa kim loại Cd, Pb.
- Dung dịch ngâm thôi nhiễm: Axit axetic 4% được pha từ axit axetic đậm đặc (Merck), Nước cất không chứa Cd, Pb
- Chuẩn Cd, Pb 1000 mg/L (Merck)

3.1.2. Thiết bị

Máy quang phổ hấp thụ nguyên tử AA 6300 (Shimadzu) trang bị đèn Cathod rỗng Cd, Pb và lò graphite (Hiệu chuẩn theo đúng yêu cầu của hãng)

3.2. Điều kiện vận hành thiết bị

Thiết bị được tối ưu hóa các thông số kỹ thuật gồm: nhiệt độ bay hơi dung môi, tro hóa, nguyên tử hóa, làm nguội và thời gian lấy tín hiệu khi thực hiện xác nhận giá trị sử dụng của phương pháp.

3.3. Xử lý mẫu (QCVN 12-1:2011/BYT)

- Đối tượng mẫu là bao bì nhựa
- Mẫu rửa sạch bằng nước cất, lấy một diện tích mẫu 50 cm² cho vào cốc 250 mL, thêm vào 100 mL dung dịch ngâm thôi nhiễm (*báo cáo này được trình bày trên dung dịch ngâm thôi nhiễm axit axetic*), bọc kín cốc bằng giấy nhôm, ủ ở nhiệt độ 40°C trong 60 phút.

- Lọc lấy dung dịch cho xác định Cd, Pb bằng thiết bị GF-AAS

3.4. Kết quả phân tích và thảo luận

3.4.1. Chuẩn dùng xây dựng đường chuẩn pha trong HNO₃ 0.1 % có nồng độ: Cd: 0.2; 0.5; 1.0; 1.5; 2.0 ppb; Pb: 4.0; 10; 15; 20; 40 ppb. Đường chuẩn thể hiện chiều cao theo nồng độ chuẩn. Phương trình đường chuẩn có hệ số tương quan thể hiện ở bảng 1.

Bảng 1: Phương trình đường chuẩn và hệ số tương quan

Nguyên tố	Khoảng nồng độ	Đường chuẩn	Hệ số tương quan (R ²)
Cd	0.2 → 2 ppb	y=0.215x+0.006	0.999
Pb	4 → 40 ppb	y=0.009x+0.004	0.999

3.4.2. Khảo sát ảnh hưởng của nền

Chọn mẫu bao bì không phát hiện có sự thôi nhiễm Cd, Pb, chuẩn bị mẫu theo quy trình (3.3), thêm vào dung dịch sau khi xử lý này để có hàm lượng Cd: 0.5 ppb và Pb: 10 ppb. Kết quả theo bảng 2

Bảng 2: Ảnh hưởng của nền mẫu bao bì nhựa trong phương pháp phân tích

Nguyên tố	Nồng độ (ppb)	Abs (dung dịch chuẩn)	Abs (Dung dịch mẫu trắng thêm chuẩn)	% Thu được
Cd	0.5	0.1135	0.113	99.56
Pb	10	0.1001	0.1002	100.10

Kết quả cho thấy hầu như không có ảnh hưởng của nền mẫu do đó nên sử dụng đường chuẩn xây dựng từ các dung dịch chuẩn như đã nêu trên. (Đánh giá dự theo chuẩn mực EC 657/2002)

3.4.3. Hiệu suất thu hồi và độ lặp lại

Thêm một lượng chuẩn vào mẫu trắng để có hàm lượng: Cd: 0.5 ppb và Pb 10 ppb. Thực hiện phân tích lặp lại 7 lần trên nền mẫu bao bì nhựa này. Kết quả thu được theo bảng 3

Bảng 3: Hiệu suất thu hồi và độ lặp lại của phương pháp

Nguyên tố							
Cd				Pb			
C _{thêm} , ppb	C _{phân tích} , ppb	RSD% (n=7)	H%	C _{thêm} , ppb	C _{phân tích} , ppb	RSD% (n=7)	H,%
0.5	0.48	5	96.0	10	9.8	4.4	98

→ Hiệu suất thu hồi và độ lặp lại của phương pháp thỏa mãn theo EC/657/2002

3.4.4. Giới hạn phát hiện

Phân tích lặp lại 11 lần mẫu trắng, giới hạn phát hiện của phương pháp tính theo công thức sau: $MDL = 3 \cdot S$ (S là độ lệch chuẩn). Kết quả theo bảng 4

Bảng 4: MDL của Cd, Pb trên nền mẫu bao bì nhựa

Nguyên tố	Độ lệch chuẩn (s)	MDL (ppb)
Cd	0.03	0.09
Pb	0.40	1.2

3.4.5. Một số kết quả phân tích trên mẫu bao bì nhựa

Nền mẫu	Số lượng mẫu trong năm 2013	Khoảng Nồng độ Cd (ppb)	Pb (ppb)
Bao nhựa gói thực phẩm	300	kph	kph-1000
Hộp nhựa chứa thực phẩm	250	kph	kph-1000

*kph: Không phát hiện

4. KẾT LUẬN

Thiết bị quang phổ hấp thụ nguyên tử kết hợp với quy trình xử lý mẫu cho kết quả phân tích chính xác, ổn định. Mặt khác ưu điểm của thiết bị này là cho giới hạn phát hiện hoàn toàn đáp ứng được mức cho phép các chất thôi nhiễm kim loại theo quy chuẩn Việt Nam, quốc tế, đồng thời là thiết bị tương đối rẻ tiền, phổ biến trong các phòng thí nghiệm.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

QCVN 12-1:2011/BYT: về an toàn vệ sinh đối với bao bì, dụng cụ bằng nhựa tổng hợp tiếp xúc trực tiếp với thực phẩm.

L.Ebdon, E.H.Evans (Editor), A.fisher, S.J.hill, An introduction to Analytical Atomic Spectrometry.

Gerhard Schlemmer, Bernard Radziuk, Analytical graphite furnace Atomic Absorption Spectrometry, A Laboratory guide.