

VIỆN KIỂM NGHIỆM ATVSTP QUỐC GIA

**NGUYÊN NHÂN VÀ GIẢI PHÁP KHẮC PHỤC
CÁC CHƯƠNG TRÌNH TNTT KIM LOẠI, ANION TRONG
NƯỚC VÀ THỰC PHẨM**

Báo cáo viên: Đinh Việt Chiên

VAI TRÒ CỦA KIỂM NGHIỆM KIM LOẠI VÀ ANION

1. Đánh giá, giám sát các chỉ tiêu an toàn theo quy định pháp luật

- Kiểm nghiệm các nguyên tố kim loại nặng (Pb, Cd, As, Hg, Sn,..)
- Kiểm nghiệm các anion (nitrat, nitrit, fluorid, bromid, sulfat, clorit, clorat, bromate,..)



2. Công bố, đánh giá chất lượng sản phẩm

- Kiểm nghiệm các nguyên tố khoáng (K, Na, Ca, Mg, P, Cu, Fe, Zn, Mn, Clorua, iod, phosphat,..)

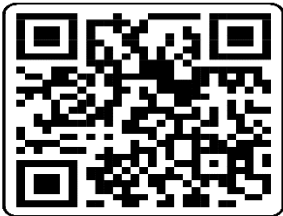
KẾT QUẢ CHÍNH XÁC LÀ MỤC TIÊU CỦA QUÁ TRÌNH KIỂM NGHIỆM

THỬ NGHIỆM THÀNH THẠO

- Là một trong những hình thức đảm bảo chất lượng quan trọng nhất
- Đánh giá khách quan, khẳng định năng lực phòng thí nghiệm, kiểm nghiệm viên



The screenshot shows the website of the National Institute for Food Control (NIFC). The header features the NIFC logo and the text "VIỆN KIỂM NGHIỆM AN TOÀN VỆ SINH THỰC PHẨM QUỐC GIA NATIONAL INSTITUTE FOR FOOD CONTROL". Below the header is a navigation menu with items like "TRANG CHỦ", "GIỚI THIỆU", "NĂNG LỰC", "DỊCH VỤ", "NGHIÊN CỨU KHOA HỌC", "TIN TỨC", "NIFC ONLINE", "TÀI LIỆU", and "HỎI ĐÁP - LIÊN HỆ". The main content area displays a news article titled "Thông tin gửi mẫu thử nghiệm thành thạo tháng 4 năm 2022". The article text includes: "Folder Tin thử nghiệm thành thạo Views 502 Last Updated 26/04/2022", "Kính gửi: Quý phòng thí nghiệm!", "Ban tổ chức chương trình Thử nghiệm thành thạo (BTC) xin thông báo tới quý PTN đăng ký tham gia các chương trình TNTT tháng 4 năm 2022 như sau:", and "BTC đã gửi mẫu tới các PTN vào ngày 25/4/2022, gồm các chương trình:". On the right side of the article, there is a vertical menu with dropdown options: "KIỂM NGHIỆM", "KIỂM TRA HÀNG NHẬP", "ĐÀO TẠO", and "THỬ NGHIỆM THÀNH THẠO".



CÁC CHƯƠNG TRÌNH TNTT NĂM 2022

Pb, Cd, As, Hg, Cu, Fe, Zn,
Mn, Ba, Sb, Cr, Ca



Amoni, chloride, fluoride,
nitrat, nitrit, bromid,
sulfat, độ cứng, TDS

Ca, Mg, Fe, Zn



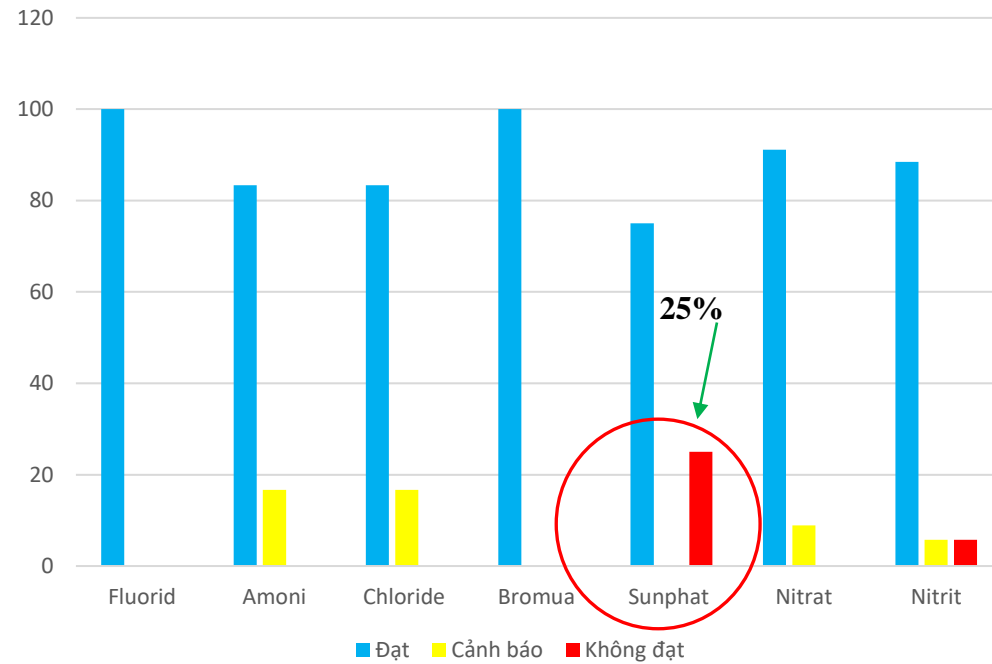
❑ Tỷ lệ đối tượng mẫu được tổ chức TNTT

➤ Nước: 78,2%

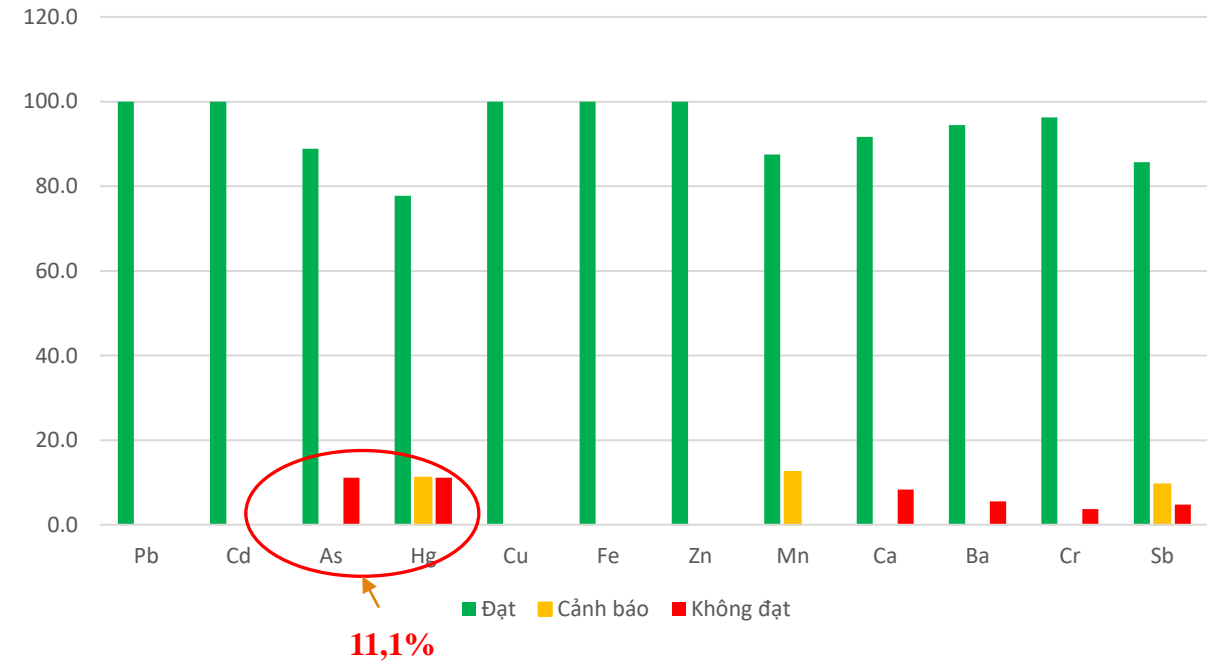
➤ TPBS, sữa: 22,2%

CÁC KẾT QUẢ TNTT NĂM 2022

Thông kê kết quả TNTT anion và cation

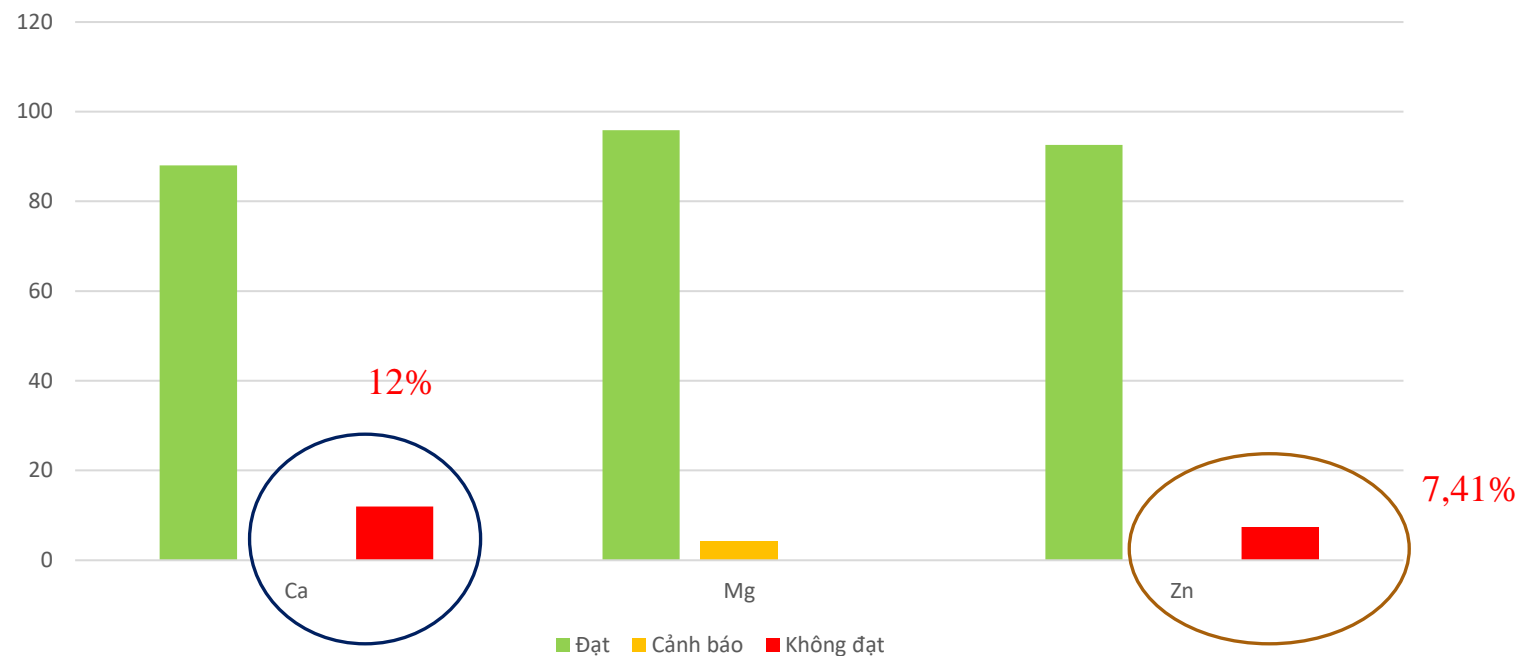


Kết quả TNTT Kim loại trong nước



CÁC KẾT QUẢ TNTT NĂM 2022

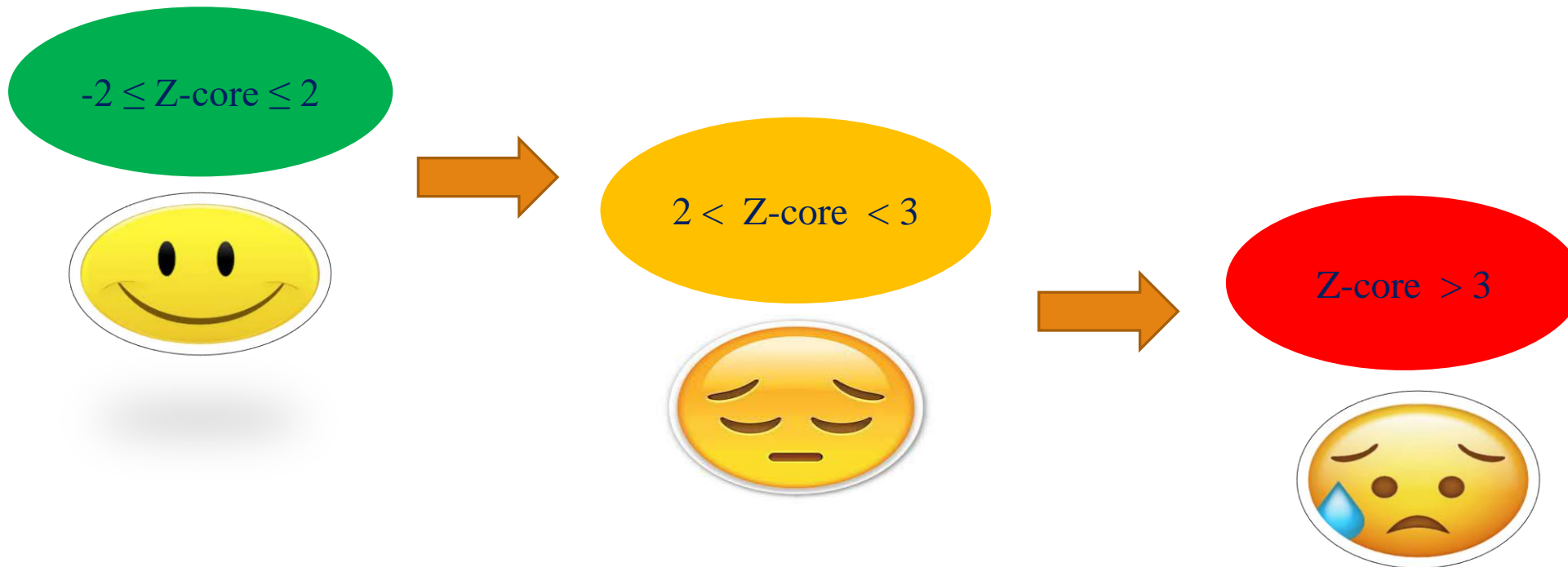
Kết quả TNTT kim loại trong Sữa và TPBS



CÁC KẾT QUẢ TNTT NĂM 2022

Chỉ tiêu	Cảnh báo (%)	Đạt (%)
As	0.0	11.1
Hg	11.1	11.1
Mn	12.5	0.0
Ca	0.0	8.3
Ba	0.0	5.6
Cr	0.0	3.7
Sb	9.5	4.8
Amoni	16.7	0.0
Chloride	16.7	0.0
Sunphat	0.0	25.0
Nitrat	8.9	0.0
Nitrit	5.8	5.8

KẾT QUẢ THỬ NGHIỆM THÀNH THẠO



- Xác định nguyên nhân
- Hành động khắc phục, phòng ngừa

CÁC NGUYÊN NHÂN CHUNG GÂY SAI SỐ KẾT QUẢ

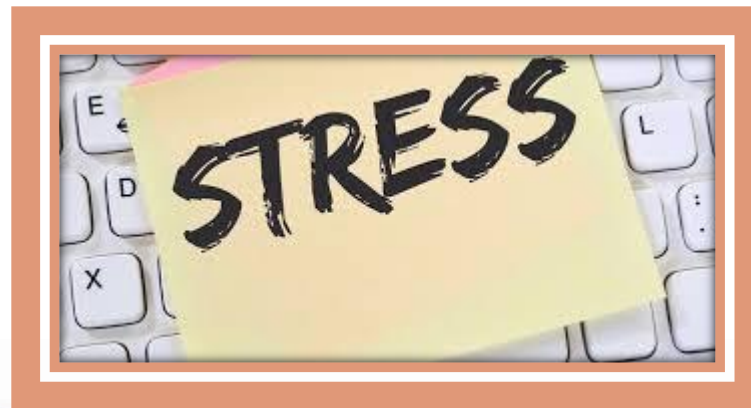


Mức độ khó xác định nguyên nhân gây sai số



CÁC VẤN ĐỀ CẦN XEM XÉT

- Kết quả sai số âm hay sai số dương?
- Rà soát lại các bước tính toán, báo cáo kết quả
- Truyền dữ liệu
- Phương pháp thử
- Thiết bị, dụng cụ đo lường
- Hóa chất, thuốc thử
- Nhân sự thực hiện
- Môi trường



XÁC ĐỊNH NGUYÊN NHÂN VÀ ĐỀ XUẤT GIẢI PHÁP KHẮC PHỤC

**CHƯƠNG TRÌNH TNTT
KIM LOẠI
(NƯỚC VÀ THỰC
PHẨM)**

**CHƯƠNG TRÌNH TNTT
ANION (NƯỚC)**



CÁC CHƯƠNG TRÌNH TNTT PHÂN TÍCH KIM LOẠI

Nhóm các nguyên tố kim loại nặng: **Pb, Cd, As, Hg, Sn, Sb, Ni**

NIFC

Nhóm các nguyên tố vi lượng: **Cu, Fe, Zn, Mn, Se, Cr, Mo**

Nhóm các nguyên tố khoáng: **Na, K, Ca, Mg**

CÁC CHƯƠNG TRÌNH TNTT PHÂN TÍCH KIM LOẠI

Các phương pháp phân tích

Chất phân tích	Phương pháp chuẩn bị mẫu	Phương pháp/kỹ thuật đo
Pb, Cd, As, Hg, Sn	➤ Tro hóa mẫu khô	ICP-MS, ICP-OES
Pb, Cd	➤ Tro hóa mẫu ướt ➤ Tro hóa mẫu khô – ướt kết hợp	ICP-MS, ICP-OES, GF-AAS, F-AAS
As, Hg, Sn	➤ Lò vi sóng phá mẫu	ICP-MS, HG-AAS, GF-AAS
Cu, Fe, Zn	➤ Acid hóa mẫu rồi đo (các mẫu nước sạch)	ICP-MS, ICP-OES, GF-AAS, F-AAS
Na, K, Ca, Mg		ICP-MS, ICP-OES, F-AAS

CÁC CHƯƠNG TRÌNH TNTT PHÂN TÍCH KIM LOẠI

Các nguyên nhân gây sai số và hình thức khắc phục

Nguyên nhân sai số	Ví dụ	Hình thức khắc phục
1. Nhiễm bẩn, nhiễm chéo	Hóa chất, thuốc thử không tinh khiết	- Sử dụng loại tinh khiết
	Dụng cụ xử lí mẫu	- Quy trình rửa dụng cụ - Hướng dẫn phân lập, bảo quản khi chưa sử dụng - Thay thế dụng cụ mới
	Thiết bị	- Vệ sinh thiết bị, rửa hệ thống nhiều lần
	Môi trường làm việc	- Sắp xếp gọn gàng, ngăn nắp, sạch sẽ, tránh bụi

CÁC CHƯƠNG TRÌNH TNTT PHÂN TÍCH KIM LOẠI

Ví dụ sai số do nhiễm bẩn, nhiễm chéo



Dễ nhiễm bẩn
(Pb, Hg,...)

Hạn chế
sử dụng



Test trước khi sử dụng



Nên sử
dụng



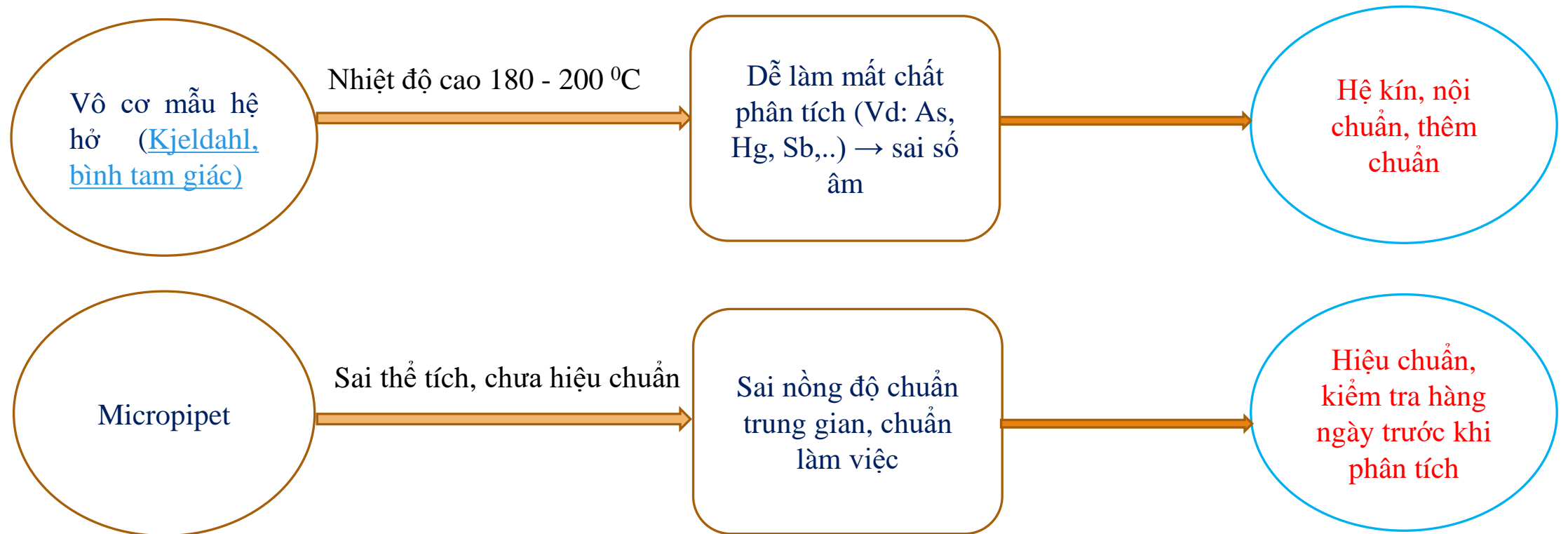
CÁC CHƯƠNG TRÌNH TNTT PHÂN TÍCH KIM LOẠI

Các nguyên nhân gây sai số và hình thức khắc phục

Nguyên nhân sai số	Ví dụ	Hình thức khắc phục
2. Sai số do chuẩn liên kết, thiết bị, dụng cụ, phương pháp kiểm nghiệm	Chuẩn có độ không đảm đo lớn, không rõ certificate	- Sử dụng chuẩn có độ tin cậy cao
	Thiết bị chưa hiệu chuẩn, độ ổn định kém, bơm mẫu hút thể tích không chính xác,	- Kế hoạch hiệu chuẩn, bảo dưỡng thiết bị định kỳ - Tối ưu điều kiện và ổn định hệ thống trước khi phân tích - Sử dụng nội chuẩn phân tích - Mẫu QC
	Phương pháp kiểm nghiệm chưa phù hợp → luôn làm mất ion chất phân tích hoặc tăng tín hiệu chất phân tích,..	- Thay đổi kỹ thuật phân tích - Cải tiến, thay đổi quy trình xử lý mẫu - Đường chuẩn trên nền mẫu - Mẫu QC

CÁC CHƯƠNG TRÌNH TNTT PHÂN TÍCH KIM LOẠI

Ví dụ sai số do thiết bị, phương pháp kiểm nghiệm



CÁC CHƯƠNG TRÌNH TNTT PHÂN TÍCH KIM LOẠI

Các nguyên nhân gây sai số và hình thức khắc phục

Nguyên nhân sai số	Ví dụ	Hình thức khắc phục
3. Sai số do ảnh hưởng nền mẫu	<ul style="list-style-type: none">➤ Mẫu giàu khoáng, giàu chất hữu cơ, hàm lượng muối cao → quá trình vô cơ mẫu không triệt để hoặc ảnh hưởng cản trở của các ion khác đến phổ	<ul style="list-style-type: none">➤ Sử dụng chất hỗ trợ quá trình xử lý mẫu/cải biến nền mẫu hoặc sử dụng hỗn hợp acid và/hoặc chất oxy hóa mạnh hơn➤ Tro hóa mẫu nhiệt độ cao hơn➤ Pha loãng nền mẫu, giảm thiểu ảnh hưởng ion cản trở➤ Mẫu QC

CÁC CHƯƠNG TRÌNH TNTT PHÂN TÍCH KIM LOẠI

Ví dụ sai số do ảnh hưởng nền mẫu



Sử dụng hỗn hợp HNO_3 và H_2O_2 → không phân hủy triệt để các khoáng chất

Sử dụng hỗn hợp HNO_3 và HF



Vô cơ hệ hở, Kjeldahl → khó phân hủy hoàn toàn chất hữu cơ

Tro hóa bằng lò nung, sử dụng lò vi sóng phá mẫu, tro hóa mẫu áp suất cao

CÁC CHƯƠNG TRÌNH TNTT PHÂN TÍCH KIM LOẠI

Các nguyên nhân gây sai số và hình thức khắc phục

Nguyên nhân sai số	Ví dụ	Hình thức khắc phục
<p>4. Nồng độ và loại acid khác nhau giữa dung dịch chuẩn làm việc và mẫu, độ nhớt khác nhau</p> 	<ul style="list-style-type: none">➤ Nồng độ acid HNO_3 trong chuẩn làm việc: 0,5 – 2%; trong dung dịch mẫu sau phân hủy: 3 – 5%➤ Độ nhớt dung dịch khác nhau → sai khác thể tích bơm mẫu (đặc biệt là GF-AAS)➤ Thành phần acid ảnh hưởng đến quá trình nguyên tử hóa mẫu.	<ul style="list-style-type: none">➤ Thành phần và nồng độ acid nên giống và tương đương nhau➤ Chuẩn bị chuẩn làm việc và dung dịch mẫu thử trong acid có nồng độ tương đương (pha loãng mẫu thử, bay hơi mẫu thử sau đó hòa cạn lại, tăng nồng độ acid trong chuẩn làm việc)➤ Hạn chế sử dụng các loại acid H_2SO_4, H_3PO_4

CÁC CHƯƠNG TRÌNH TNTT PHÂN TÍCH KIM LOẠI

Các nguyên nhân gây sai số và hình thức khắc phục

Nguyên nhân sai số	Ví dụ	Hình thức khắc phục
5. Các yếu tố khác	<ul style="list-style-type: none">➤ Kỹ năng thực hành➤ Sai sót do báo cáo (tính toán, nhầm lẫn đơn vị, hệ số pha loãng,..)➤ Mẫu thử có hàm lượng ở mức thấp gần LOQ của phương pháp	<ul style="list-style-type: none">➤ Rèn luyện kỹ năng thực hành thông qua đánh giá thành thạo nội bộ, tham gia TNTT, phân tích mẫu QC➤ Có người soát xét, kiểm tra lại các dữ liệu phân tích trước khi gửi báo cáo➤ Làm giàu chất phân tích

CÁC CHƯƠNG TRÌNH TNTT PHÂN TÍCH ANION VÀ CATION



CÁC CHƯƠNG TRÌNH TNTT PHÂN TÍCH ANION

Các phương pháp phân tích		
Chất phân tích	Phương pháp chuẩn bị mẫu	Phương pháp/kỹ thuật đo
Nitrat	Mẫu thực phẩm: - Chiết mẫu, loại tạp chất trước khi đo Mẫu nước: - Lọc qua màng lọc đo trực tiếp - Phản ứng lên màu với thuốc thử trước khi đo	UV-Vis, IC
Nitrit		UV-Vis, IC
Clorua		Chuẩn độ, IC
Florua		Điện cực chọn lọc ion, IC
Sulfat		Đo độ đục, IC
Bromate		IC, LC-ICP-MS

CÁC CHƯƠNG TRÌNH TNTT PHÂN TÍCH ANION

Các nguyên nhân gây sai số và hình thức khắc phục

Nguyên nhân sai số	Ví dụ	Hình thức khắc phục
1. Ảnh hưởng của các ion cản trở	Trong mẫu nước làm Clorid bằng phương pháp chuẩn độ AgNO_3 có chứa hàm lượng cao của các anion khác đồng kết tủa như Br^- , I^- , PO_4^{3-} , CN^- , $\text{Fe}(\text{CN})_6^{4-}$, S^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$	<ul style="list-style-type: none">➤ Che hoặc loại trừ các ion cản trở➤ Đo và hiệu chỉnh kết quả phân tích theo hàm lượng của các ion cản trở➤ Lựa chọn kỹ thuật phân tích khác như sắc ký ion

CÁC CHƯƠNG TRÌNH TNTT PHÂN TÍCH ANION

Các nguyên nhân gây sai số và hình thức khắc phục

Nguyên nhân sai số	Ví dụ	Hình thức khắc phục
1. Ảnh hưởng của các ion cản trở	Xác định nitrit bằng UV-Vis bị ảnh hưởng bởi độ pH, cloramin, clo, thiosulfate, Fe^{3+}	<ul style="list-style-type: none">➤ Điều chỉnh giá trị pH phù hợp với yêu cầu phương pháp thử➤ Thêm chuẩn trên nền mẫu➤ Phân tích bằng kỹ thuật khác như sắc ký ion

CÁC CHƯƠNG TRÌNH TNTT PHÂN TÍCH ANION

Các nguyên nhân gây sai số và hình thức khắc phục

Nguyên nhân sai số	Ví dụ	Hình thức khắc phục
1. Ảnh hưởng của các ion cản trở	Xác định SO_4^{2-} bằng phương pháp khối lượng khi cho kết tủa với Ba^{2+} bị ảnh hưởng bởi ion PO_4^{3-} , SiO_2^{2-} , CrO_4^{2-} , Ca^{2+}	<ul style="list-style-type: none">➤ Loại bỏ kết tủa của các muối phosphate trong điều kiện thích hợp➤ Hiệu chỉnh kết quả theo hàm lượng của các ion cản trở➤ Lựa chọn kỹ thuật phân tích khác như sắc ký ion, đo độ đục

CÁC CHƯƠNG TRÌNH TNTT PHÂN TÍCH ANION

Các nguyên nhân gây sai số và hình thức khắc phục

Nguyên nhân sai số	Ví dụ	Hình thức khắc phục
2. Nhiễm bẩn, nhiễm chéo	Thiết bị, dụng cụ bị nhiễm bẩn, nhiễm chéo trong quá trình phân tích	➤ Chuẩn bị làm sạch dụng cụ, thiết bị theo hướng dẫn của phương pháp tiêu chuẩn
3. Điều kiện bảo quản chưa phù hợp	Giá trị pH mẫu, nhiệt độ bảo quản	➤ Theo yêu cầu tiêu chuẩn
4. Các yếu tố khác	Thiết bị, dụng cụ đo chưa được hiệu chuẩn; Tính toán và báo cáo kết quả	➤ Kiểm tra, hiệu chuẩn thiết bị, dụng cụ ➤ Soát xét dữ liệu trước khi báo cáo

CÁC YẾU TỐ ẢNH HƯỞNG ĐẾN KẾT QUẢ PHÂN TÍCH KL VÀ ANION

Các vấn đề chung cần xem xét:

- Nhiễm bẩn, nhiễm chéo
- Thiết bị, dụng cụ, liên kết chuẩn
- Ảnh hưởng nền mẫu
- Phương pháp kiểm nghiệm
- Kỹ năng thực hành thành thạo
- Báo cáo kết quả phân tích, truyền dữ liệu



ĐẢM BẢO CHẤT LƯỢNG KẾT QUẢ PHÂN TÍCH

Proficiency Testing



- Chất chuẩn
- Mẫu chuẩn
- Thử nghiệm thành thạo



**Certified
Reference
Materials**

KẾ HOẠCH TỔ CHỨC THÊM CÁC CHƯƠNG TRÌNH TNTT 2023



HEAVY METALS



