

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.019 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 1/7
---	----------------------------------	---

**XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG KIM LOẠI (Al, As, Pb, Cd, Hg, Sb, Ba, Ni, Se, Zn, Cr, Mo, Mn, Na, Bo, Fe, Cu) TRONG NƯỚC UỐNG, NƯỚC MẶT, NƯỚC NGẦM, NƯỚC SINH HOẠT BẰNG PHƯƠNG PHÁP ICP/MS  
(SMEWW 3125)**

Nhân viên biên soạn	Nhân viên xem xét	Nhân viên phê duyệt
Trần Minh Thứ	Trần Thái Vũ	Trần Thái Vũ

**THEO DÕI SỬA ĐỔI TÀI LIỆU**

STT	Vị trí	Nội dung sửa đổi	Ngày sửa đổi
1		Thay đổi format SOP	29/12/2017

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.019 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 2/7
---	----------------------------------	---

## A. TỔNG QUAN

### I. Phạm vi áp dụng.

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định hàm lượng kim loại (Al, As, Pb, Cd, Hg, Sb, Ba, Ni, Se, Zn, Cr, Mo, Mn, Na, Bo, Fe, Cu) trong nước uống, nước mặt, nước ngầm, nước sinh hoạt bằng phương pháp ICP-MS

No.	Kim loại	MLOD, mg/L	LOQ, mg/L
1	As	0.001	0.003
2	Pb	0.001	0.003
3	Cd	0.001	0.003
4	Hg	0.0002	0.006
5	Sb	0.001	0.003
6	Ba	0.01	0.03
7	Al	0.01	0.03
8	Ni	0.01	0.03
9	Se	0.005	0.015
10	Zn	0.01	0.03
11	Cr	0.01	0.028
12	Mo	0.01	0.03
13	Mn	0.01	0.03
14	Na	0.10	0.30
15	Bo	0.10	0.30
16	Fe	0.05	0.15
17	Cu	0.05	0.15

### II. Tài liệu tham khảo.

Tiêu chuẩn này được xây dựng theo: *AOAC official method 993.14*

Tham khảo chéo: *SMEWW 3125*

### III. Nguyên tắc.

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	<b>HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH</b>	Mã số: HD.TN.019 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 3/7
---	--	---

Mẫu sau khi được đưa vào nguồn plasma, các kim loại sẽ được nguyên tử và ion hóa. Các ion tạo thành sẽ được phân biệt thông qua sự khác biệt về tỉ lệ khối lượng/điện tích ( $m/z$ ) và được định lượng dựa trên dãy chuẩn của nguyên tố tương ứng.

## **VI. Thông tin an toàn phòng thí nghiệm.**

Các phương pháp an toàn phòng thí nghiệm cần phải được thực hiện nghiêm ngặt như sử dụng áo blouse, tủ hút, găng tay, khẩu trang, kính bảo hộ lao động khi cần thiết.

Các hoá chất thải phải được thu gom vào các bình chứa riêng biệt, cụ thể và có dán nhãn nhận biết.

## **B. PHÂN TÍCH**

### **I. Thiết bị và dụng cụ phân tích.**

#### **1. Thiết bị cơ bản.**

- Bình định mức 25 mL
- ống ly tâm 15 mL
- Bếp điện, 200°C
- Giấy lọc Whatman no.41
- Cân phân tích chính xác đến 0.01 g.
- Tủ hút hơi acid.

*Các dụng cụ trước khi sử dụng phải được rửa bằng dung dịch axit 2%, sau đó rửa lại nhiều lần bằng nước cất khử ion và để khô tự nhiên.*

#### **2. Thiết bị phân tích**

- Hệ thống ICP-MS ELAN DRC-e, PerkinElmer, Canada
- Phần mềm điều khiển: Elan version 3.4 hotfix 1
- Hệ tiêm mẫu tự động Auto sampler AS 93plus
- Bơm nhu động tích hợp, Superia, USA
- Dây dẫn mẫu silicon (black – black coded), Analytical West, US

### **II. Hoá chất và chất chuẩn.**

#### **1. Hoá chất.**

- HNO<sub>3</sub> đậm đặc
- Nước cất khử ion

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.019 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 4/7
---	----------------------------------	---

- Khí Argon 99.999%.

## 2. Chất chuẩn.

**Lưu ý:** các dung dịch chuẩn có thể pha loãng theo thể tích hoặc khối lượng (sử dụng cân, khi tỉ trọng của dung dịch trước và sau pha loãng là như nhau)

- Dung dịch chuẩn hỗn hợp kim loại 26 chất (As, Cd, Pb, Cu, Zn...) (HNO<sub>3</sub> 2%): 100 mg/L
- Dung dịch chuẩn trung gian (As, Cd, Pb, Cu, Zn...) 1 mg/L: Cân 0.5 g dung dịch chuẩn gốc 100mg/L vào ống ly tâm 50ml, định mức lên 50 g bằng HNO<sub>3</sub> 2%.
- Dung dịch chuẩn làm việc hỗn hợp kim loại (As, Cd, Pb) và Hg được pha theo bảng sau:

Stt	m <sub>std hỗn hợp</sub> , g	m <sub>định mức</sub> , g	C <sub>std</sub> , µg/L
1	0.10	50	2.0
2	0.25	50	5.0
3	0.50	50	10.0
4	1.25	50	25.0
5	2.50	50	50.0
6	5.0	50	100.0
7	10.0	50	200.0

## III. Kiểm soát QA/QC.

Trong mỗi đợt phân tích, nhân viên phân tích thực hiện các mẫu sau để kiểm soát chất lượng phân tích.

- Mẫu Blank hóa chất: thực hiện song song với mẫu phân tích
- Mẫu Blank matrix: Mẫu blank phù hợp với nền mẫu phân tích.
- Mẫu QC Spike: spike trên nền mẫu blank ít nhất một trong các nồng độ sau: 0.1 ppm, 0.2 ppm, 0.5 ppm.

## VI. xử lý mẫu.

### 1. Chuẩn bị mẫu.

Đồng nhất và bảo quản mẫu theo hướng dẫn thí nghiệm “HD.KT.022” mục 4.3

### 2. Phương pháp tiến hành.

**Mẫu trong suốt:** Mẫu nước (đã được axit hóa trong HNO<sub>3</sub> 2%) phân tích trực tiếp trên ICP-MS.  
Pha loãng mẫu nếu cần.

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.019 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 5/7
---	----------------------------------	---

Mẫu có các chất lơ lửng (theo SMEWW 3030 E): Rút lấy 10-50 mL mẫu nước (tùy theo hàm lượng kim loại có trong mẫu) cho vào cốc beaker 100 mL, thêm vào 1-5 mL HNO<sub>3</sub> (1:1), dùng mặt kính đậy miệng cốc, đun trên block heater ở 105°C đến khi dung dịch trong suốt. Thêm HNO<sub>3</sub> (1:1) nếu cần. Thời gian đun tối thiểu là 2 giờ.

Lấy mẫu ra để nguội, định mức 10-50 mL bằng nước cất. Pha loãng mẫu nếu cần.

Thực hiện mẫu Blank song song.

## V. Phân tích

### 1. Thông số thiết bị:

timing parameteres		Manual settings	
Sweeps/Reading	10	Plasma flow	15 L/min
Reading per Replicates	1	Nebulizer flow	1.1 L/min
Number of Replicates	6	RF-power	1200 - 1400 Watts
Settling time	Normal		
Scan Mode	Peak Hopping		
Dwell Time	100 ms		
Signal Processing		Liquid uptake and washout settings	
Detector Mode	Dual	Sample uptake	1.3 mL/min at 12 rpm
Measurement Units	Cps	Sample flush	25s
Autolens	On	Sample flush speed	48 rpm
Spectral Peak processing	Average	Read delay	10s
Signal Peak Processing	Maximum	Dalay and analysis speed	26 rpm
Blank Subtractions	After internal stadard	Wash time	35s
Baseline Readings	0	Wash speed	48 rpm
Smoothing	Yes, factor 5		

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.019 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 6/7
---	----------------------------------	---

Analytes	Isotopes	Internal standard	Interferences		Corrections
			background molecular ions	matrix molecular ions	
As	75				
Pb	111				
Cd	207				
Hg	202				
Sb	121				
Ba	137				
Al	27				
Co	59				
Ni	60				
Se	82				
Zn	66				
Cr	52				
Mo	98				
Mn	55				
Na	23				
Bo	11				
Fe	54				
Cu	63				

## 2. Trình tự của quá trình tiêm mẫu trên thiết bị phân tích.

- Rửa hệ thống với dung dịch acid HNO<sub>3</sub> 2 % trong khoảng 10 phút
- Tiêm mẫu trắng đường chuẩn, acid HNO<sub>3</sub> 2%
- Chạy đường chuẩn từ thấp đến cao gồm các nguyên tố cần phân tích
- Rửa lại hệ thống với acid HNO<sub>3</sub> 2%
- Tiêm chuẩn kiểm tra, sử dụng 2 điểm giữa đường chuẩn

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.019 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 7/7
---	----------------------------------	---

- Tiêm dung dịch rửa hệ thống, acid HNO<sub>3</sub> 2%
- Tiêm mẫu trắng phương pháp
- Tiêm mẫu phân tích
- Tiêm mẫu thêm chuẩn
- Tiêm chuẩn kiểm tra sau 10 mẫu phân tích trong sequence
- Sau khi kết thúc sequence chạy máy, rửa lại hệ thống với dung dịch HNO<sub>3</sub> 2%.

### C. TÍNH TOÁN KẾT QUẢ.

Kết quả được tính theo công thức sau:

$$C_{mẫu}(mg/L) = \frac{C_0 \times f}{1000}$$

- $C_0$ : nồng độ chất phân tích dựa trên đường chuẩn, mg/L
- $V_{dm}$ : Thể tích định mức, mL
- $m$ : khối lượng cân, g
- $f$ : hệ số pha loãng (nếu có)

### D. KIỂM SOÁT DỮ LIỆU QA/QC

- Đường chuẩn phải có độ tuyến tính tốt (ít nhất là 05 điểm chuẩn), hệ số tương quan hồi qui tuyến tính ( $R^2$ ) phải lớn hơn hoặc bằng 0.998.
- Độ lệch của các dung dịch chuẩn tiêm xen kẽ giữa các mẫu phân tích không vượt quá  $\pm 10$  % giá trị thật.
- Mẫu lặp lại được thực hiện ít nhất 1 lần cho một lô mẫu ( $\leq 20$  mẫu). Độ lệch tương đối giữa hai mẫu lặp lại không quá  $\pm 10$  %.
- Mẫu QC spike: hiệu suất thu hồi nằm trong khoảng 80-110 %.

### E. BÁO CÁO KẾT QUẢ.

Kết quả báo cáo phân tích được ghi nhận lại trong biểu mẫu BM.15.04a, BM.15.06