



VIỆN KIỂM NGHIỆM AN TOÀN VỆ SINH THỰC PHẨM QUỐC GIA
NATIONAL INSTITUTE FOR FOOD CONTROL

NÂNG CAO CHẤT LƯỢNG KẾT QUẢ KIỂM NGHIỆM MẪU TNTT CÁC CHỈ TIÊU HÓA LÝ

Vũ Thị Trang



CÁC CHƯƠNG TRÌNH TNTT HÓA LÝ 2023-2024



Thực phẩm

- Thành phần đa lượng thực phẩm: độ ẩm, tro, protein, lipid, NaCl, đường
- Thành phần vi lượng thực phẩm: vitamin, acid amin, khoáng chất
- Phụ gia thực phẩm: chất tạo ngọt, chất bảo quản, phẩm màu
- An toàn: HCBVTV, kháng sinh, độc tố vi nấm



Nước

- Kim loại nặng: Pb, Cd, As, Hg,...
- Anion: Nitrat, nitrit, Chlor, Flor, Sulfat...
- Hóa lý: pH, độ cứng, TDS...

<https://nifc.gov.vn/thu-nghiem-thanh-thao>



Thực phẩm chức năng

- Hoạt chất trong TPCN: Curcumin, Flavonol glycoside, CoQ10, Ginsenosides, Glucosamin.....
- Chất cấm: cường dương, giảm cân, tiểu đường...



Thức ăn chăn nuôi

- Các chất tồn dư: HCBVTV, kháng sinh, hormon, tăng trưởng
- Độc tố: độc tố vi nấm (AF, patulin, Orchratoxin)

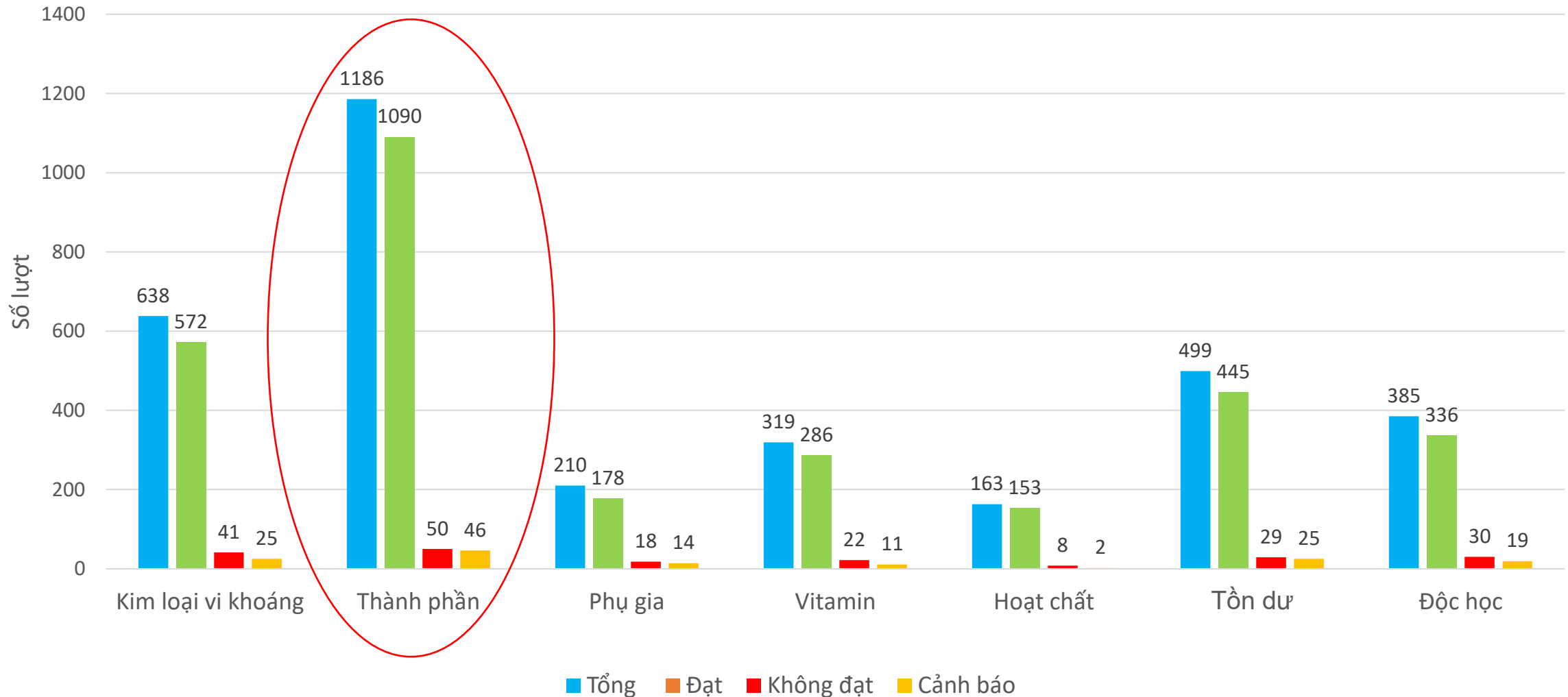
TỔ CHỨC CÁC CHƯƠNG TRÌNH ĐẶC THÙ TẠI VIỆT NAM



Chương trình	Chỉ tiêu
Chất cấm trong TPBVSK	Nhóm giảm cân: sibutramine, phenolphthalein Nhóm tiểu đường: Metformin, Glibenclamid Nhóm giảm đau: dexamethasone Nhóm cường dương PDE-5
Chất cấm trong thực phẩm	Auramin O (vàng O) trong măng Rhodamin B trong tương ớt Tinopal trong bún Melamin trong sữa Hàn the trong sản phẩm thịt
Mycotoxin trong thực phẩm	Aflatoxin, Fumonisin, Deoxynivalenol (DON), Zearalenone (ZON), Patulin, Orchratoxin
Hoạt chất trong TPCN	Ginsenoside (Rb1), Ginsenoside (Rg1) trong TPBVSK
Chỉ tiêu chất lượng nước	Màu sắc, độ đục, clorit

NIFC tổ chức được nhiều chỉ tiêu đặc thù ở VN mà các đơn vị tổ chức TNTT quốc tế không cung cấp

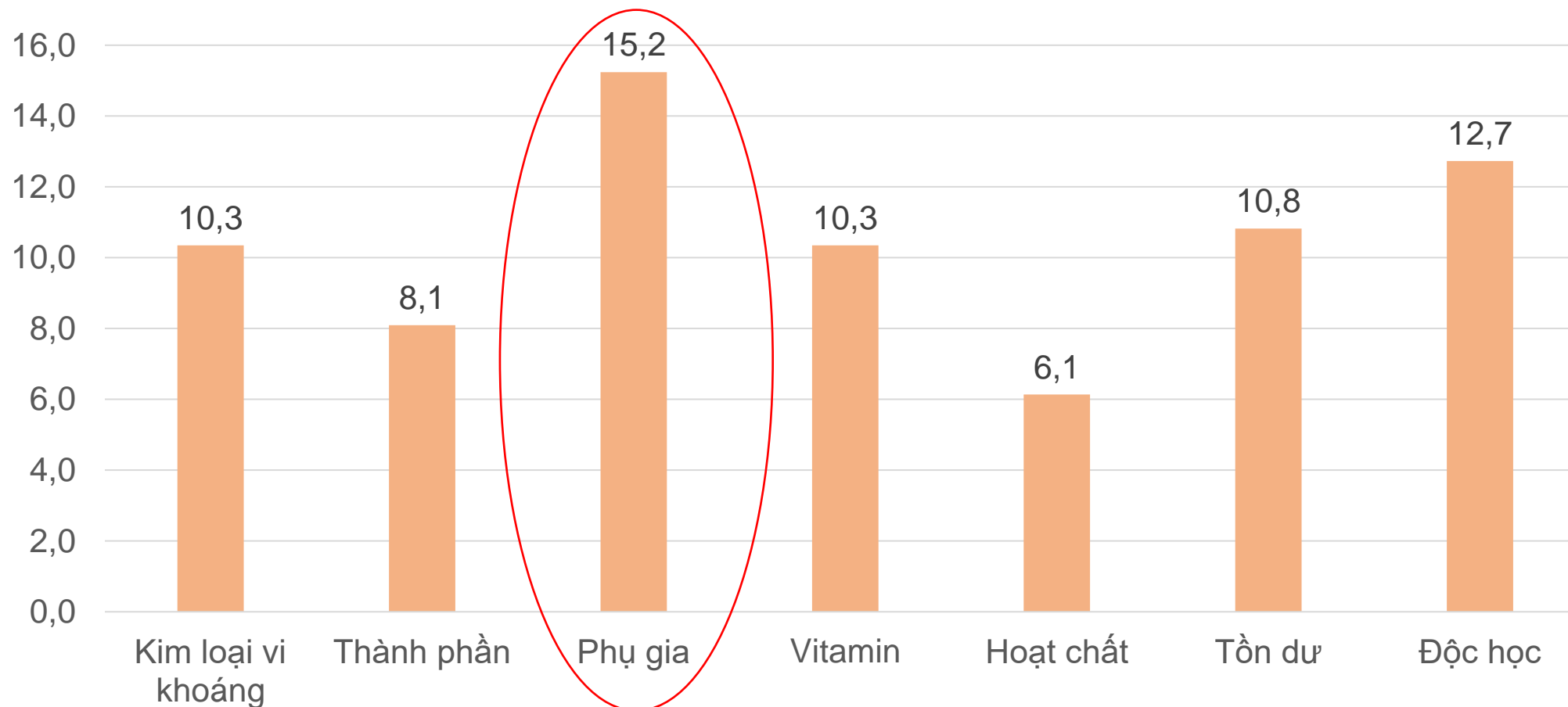
KẾT QUẢ THAM GIA TNTT HÓA LÝ 2023-2024



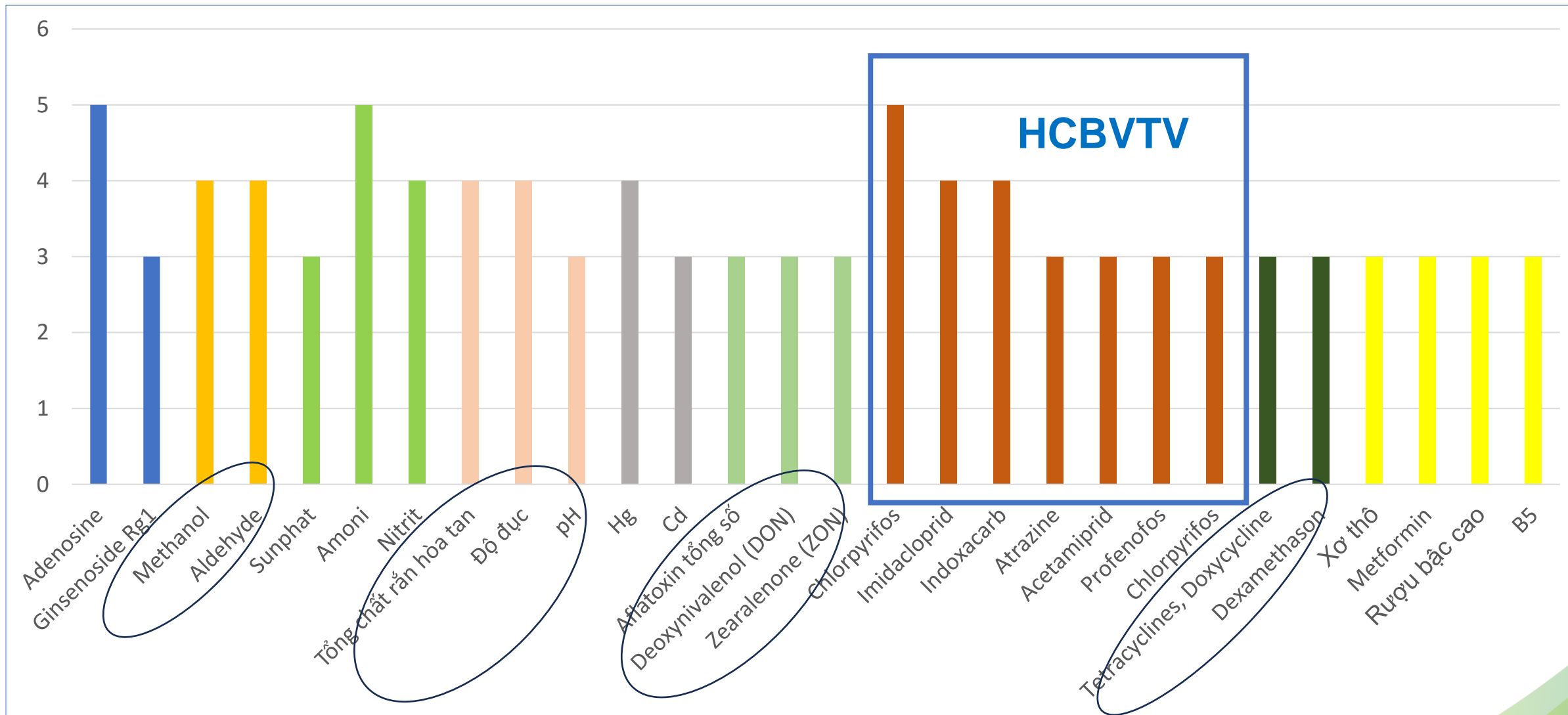
TỈ LỆ CẢNH BÁO/KHÔNG ĐẠT THEO NHÓM CHỈ TIÊU



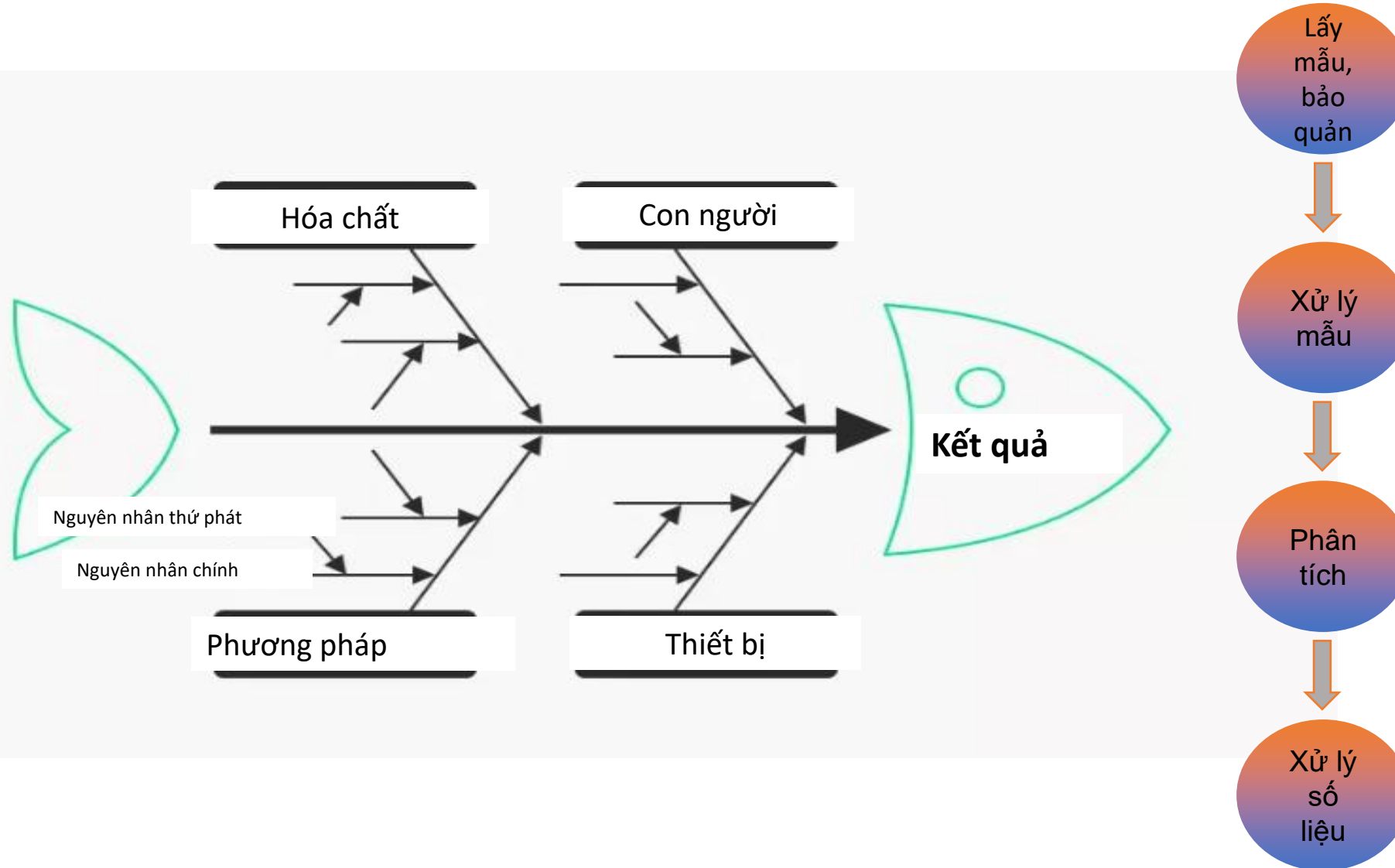
Tỉ lệ cảnh báo/không đạt (%)



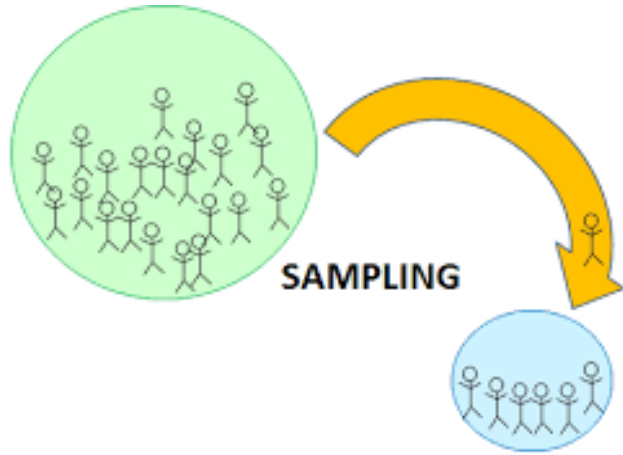
SỐ PTN CẢNH BÁO/KHÔNG ĐẠT THEO CHỈ TIÊU



ĐẢM BẢO CHẤT LƯỢNG KẾT QUẢ THỬ NGHIỆM



LẤY MẪU VÀ XỬ LÝ MẪU SƠ BỘ



Đại diện + Nguyên vẹn + Không tạp nhiễm

- Bảo quản mẫu theo đúng quy định trong hướng dẫn
- Dụng cụ lấy mẫu, bảo quản, chứa mẫu phải sạch tránh gây nhiễm/phân hủy (kim loại, vitamin...)

=> Phân tích kèm mẫu trắng

- Nhiệt độ thấp/tránh ánh sáng, tránh phân hủy chất PT (các mẫu tươi: rau, quả, thịt, thủy sản...)
- Trộn, đồng nhất, pha loãng theo đúng hướng dẫn



XỬ LÝ MẪU



- Chiết được tối đa chất phân tích => tối ưu PP chiết (lắc, siêu âm, Soxhlet...), dung môi, thời gian, pH...
- Giảm tối đa các chất gây ảnh hưởng: loại béo, protein, đường, tinh bột...
- Sử dụng các kỹ thuật xử lý mẫu đặc hiệu (SPE, cột ái lực miễn dịch...)
- Hiệu suất phân hủy cao, tránh nhiễm chéo: lò vi sóng, HPA-S...



CARBOHYDRATE

Đường: methanol
Tinh bột: enzym



CHẤT BÉO

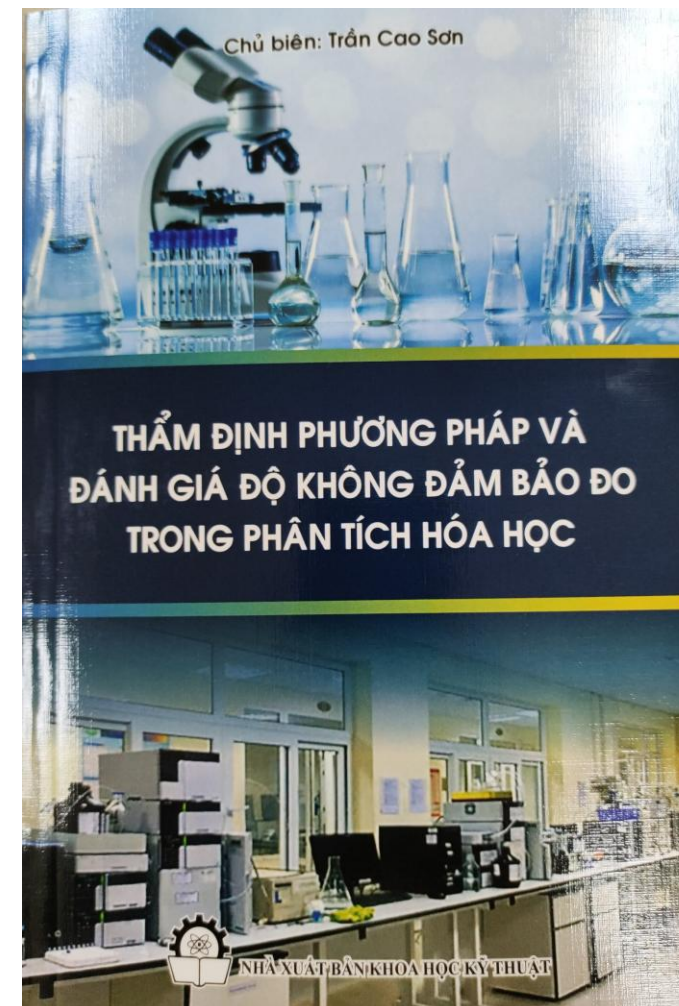
Hexan
Diethyl ether

PROTEIN

Kết tủa: TCA, ACN
Enzym: protease



- Phù hợp với đối tượng áp dụng, PP được sử dụng thường xuyên
- Đã xác nhận/thẩm định đáp ứng yêu cầu
 - Tính đặc hiệu, chọn lọc
 - LOD, LOQ
 - Khoảng tuyến tính
 - Độ chụm
 - Độ đúng
 - Các chỉ tiêu khác: Độ vững, độ ổn định
- Có thông tin về độ không đảm bảo đo



THIẾT BỊ VÀ MÔI TRƯỜNG



Thiết bị

- Phù hợp, đúng yêu cầu của phép thử
- Được hiệu chuẩn, kiểm tra định kỳ: nhiệt độ lò nung (tro), tủ sấy (độ ẩm), thể tích tiêm (quang phổ, sắc ký), buret (chuẩn độ tự động)...
- Có hồ sơ theo dõi, truy xuất lịch sử
- Nên theo dõi các thông số của thiết bị trong quá trình thực hiện (áp suất HPLC, độ hấp thụ blank...)
- Khi có dấu hiệu bất thường, dừng phân tích và kiểm tra, xử lý



- Điều kiện về nhiệt độ, độ ẩm, ánh sáng
 - Đảm bảo thiết bị
 - Đảm bảo chất PT (vitamin)
- Điều kiện bảo quản: Mẫu PT, hóa chất và chất chuẩn
- Tránh sự nhiễm chéo giữa các khu vực
 - VD: Phân tích các mẫu có hàm lượng khác xa nhau

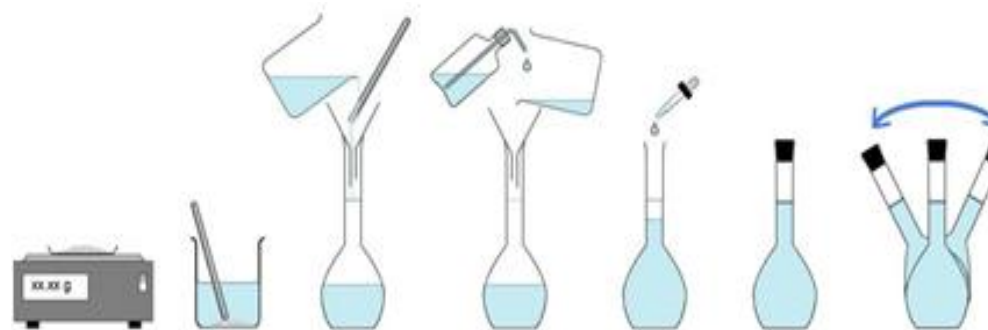
Môi trường

CHẤT CHUẨN VÀ HÓA CHẤT

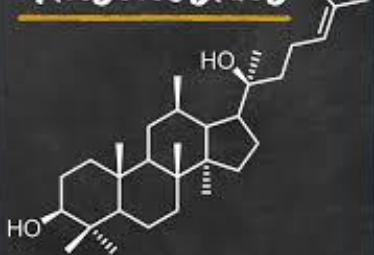


- **Độ tinh khiết**
- **Bảo quản** (nhiệt độ, ánh sáng, độ ẩm)
- **Hạn sử dụng**
- **Kiểm tra:**
 - Dựa vào tín hiệu của thiết bị đo
 - So sánh chuẩn cũ và chuẩn mới; sai khác $\leq 10\%$

- Đảm bảo yêu cầu kỹ thuật của phép thử
 - độ tinh khiết, tạp chất liên quan, dạng tồn tại
- Quá trình pha chế: Kiểm soát và lưu hồ sơ
 - => Truy xuất được



Ginsenosides



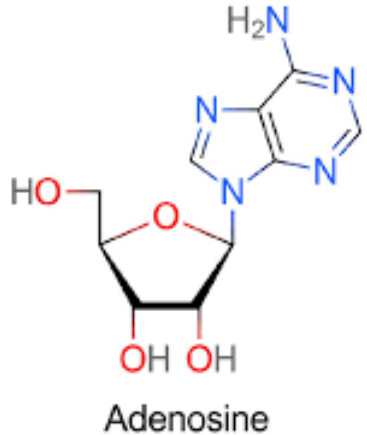
Nguyên nhân

- Kỹ thuật phân tích:
 - HPLC: bước sóng không đặc trưng, phù hợp cho nguyên liệu, ảnh hưởng nền => sai số dương
 - LC-MS/MS: mass lớn => ion hóa, phân mảnh kém ổn định
- Kỹ thuật chiết: khó chiết, chiết không triệt để



Khắc phục

- Lựa chọn kỹ thuật phân tích đúng nền mẫu
- LC-MS/MS: sử dụng nội chuẩn
- Chiết có hỗ trợ bằng: siêu âm, lắc, chiết lặp nhiều lần

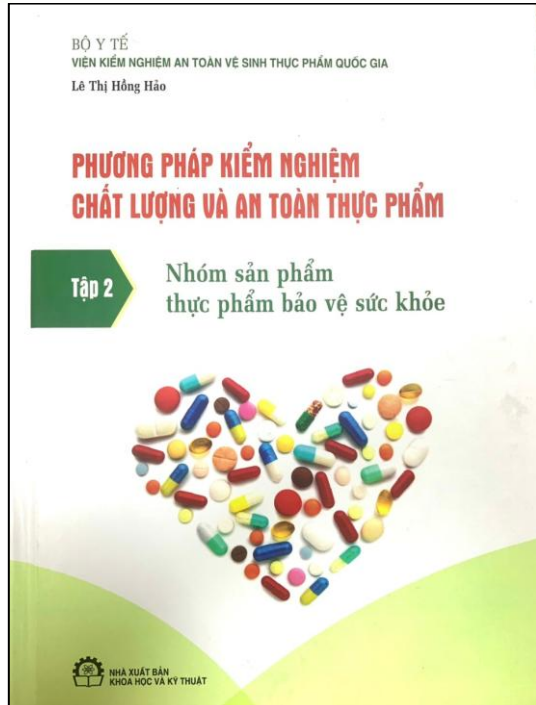


Nguyên nhân

- Chưa có PP tiêu chuẩn
- Phương pháp xử lý mẫu
 - Nhiệt độ chiết: thấp quá hoặc cao quá đều cho hiệu suất thấp
 - Dung môi chiết: chỉ dung H₂O hoặc MeOH cho hiệu suất thấp

Khắc phục

- Xây dựng PP nội bộ và thẩm định PP đạt yêu cầu
- Sử dụng mẫu RM/CRM
- Tối ưu nhiệt độ chiết, dung môi chiết (hỗn hợp)





Nguyên nhân

Nền mẫu: ảnh hưởng tới tín hiệu chất phân tích

- Quy trình xử lý mẫu:
 - Không sử dụng cột ái lực miễn dịch
 - Cột ái lực meienx dịch không đạt hiệu năng
- Kỹ thuật phân tích
 - HPLC-FLD: hiệu năng dẫn xuất
 - LC-MS/MS: tăng/giảm tín hiệu

Khắc phục

- Sử dụng mẫu trắng, mẫu chuẩn để so sánh
- Dụng chuẩn trên nền mẫu
- Sử dụng biện pháp làm sạch
- Kiểm tra hiệu năng của cột, tăng thể tích pha loãng, tăng thể tích rửa giải
- Sử dụng nội chuẩn/ chất đồng hành



Methanol
Aldehyde
Rượu bậc cao

Nguyên nhân

- Mẫu không thực hiện ngay sau khi mở nắp, đậy nắp không kín
- Hệ thống chưng cất không kín làm bay hơi chất phân tích
- Nền mẫu ảnh hưởng tới tín hiệu chất phân tích (nền mẫu nhiều đường)

Khắc phục

- Tuân thủ theo hướng dẫn phân tích: Thực hiện các phép phân tích trong vòng 24h sau mở nắp
- Kiểm tra bằng cách chưng cất mẫu chuẩn
- Dụng đường chuẩn trên nền mẫu



HCBVTV

Nguyên nhân

- ❑ Sai số dương
 - Chất chuẩn: hàm lượng chuẩn thực tế thấp hơn có thể do chuẩn hết hạn, hoặc sai sót trong quá trình cân, pha loãng
 - Mẫu: ảnh hưởng nền làm tăng hàm lượng so với thực tế
- ❑ Sai số âm
 - Chất chuẩn: dung môi pha chuẩn bay hơi, khối lượng cân không chính xác
 - Mẫu bị phân hủy, do ảnh hưởng nền làm giảm so với lượng thực tế

Khắc phục

- Pha chế lại và kiểm tra lại tín hiệu chuẩn
- Kiểm tra chuẩn sử dụng nguồn chuẩn khác
- Sử dụng nội chuẩn
- Sử dụng mẫu chuẩn để kiểm tra hiệu năng của quy trình
- Dụng đường chuẩn trên nền mẫu

Kháng sinh



Nguyên nhân

- Nền mẫu NGK, hàm lượng cao, PP HPLC => pha loãng nhiều lần
- Các chuẩn phẩm màu thường không có độ tinh khiết cao

Phẩm màu

Khắc phục

- Đảm bảo hệ số pha loãng và độ tuyến tính của đường chuẩn
- Không sử dụng hóa chất, sử dụng chất chuẩn (RM, CRM, analytical standard). Hiệu chuẩn nồng độ chuẩn theo độ tinh khiết

Nguyên nhân

- Sai số dương lớn => PP chuẩn độ

Glutamat

Khắc phục

- PP chuẩn độ chỉ phù hợp cho các mẫu nguyên liệu đơn thành phần
- Nền mẫu Snack có chứa nhiều thành phần có thể phản ứng với chất chuẩn
- Sử dụng PP HPLC



Anion

Nguyên nhân

- Ảnh hưởng của các ion cản trở
- Ảnh hưởng của pH
- Phương pháp phân tích chưa phù hợp (chuẩn độ, UV-Vis...)

Khắc phục

- 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
- Điều chỉnh giá trị pH phù hợp với yêu cầu phương pháp thử
- Thêm chuẩn trên nền mẫu

- Đảm bảo kết quả kiểm nghiệm mẫu TNTT:
 - Kiểm soát theo quá trình: lấy mẫu, xử lý mẫu, phân tích, tính toán kết quả
 - Bảo quản mẫu và thực hiện phân tích theo đúng thời gian quy định của hướng dẫn
 - Kiểm soát các yếu tố ảnh hưởng: phương pháp, thiết bị, hóa chất/thuốc thử, con người
 - Đảm bảo các điều kiện xử lý và phân tích mẫu đúng theo hướng dẫn phép thử
 - Sử dụng mẫu RM, CRM để kiểm soát quá trình phân tích
 - Lập kế hoạch thực hiện đảm bảo thời gian

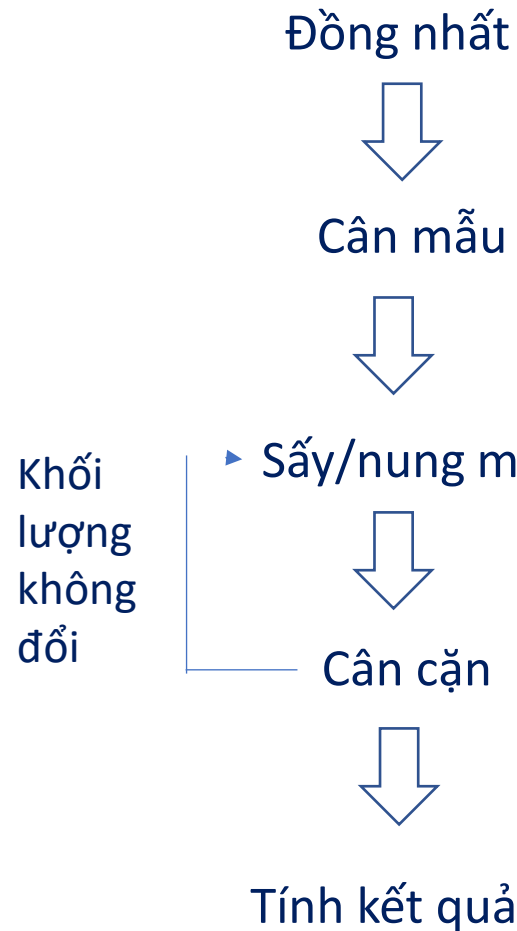


TRÂN TRỌNG CẢM ƠN!

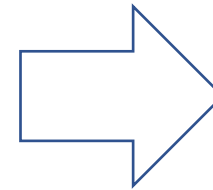
NGUYÊN NHÂN VÀ BIỆN PHÁP KHẮC PHỤC CHỈ TIÊU KHÔNG ĐẠT



Độ ẩm Chất khô Tro



- Nhiệt độ sấy/nung
- Thời gian sấy/nung
- Để nguội trong bình hút ẩm



- Cài đặt đúng nhiệt độ theo hướng dẫn PT
- Hiệu chuẩn theo quy định
- Kiểm tra nhiệt độ trước khi sử dụng
- Đảm bảo silicagel hiệu quả

