

Nghiên cứu và sản xuất mẫu chuẩn kim loại nặng (As, Cd, Pb, Hg) trong nước

Lê Thị Phương Thảo¹, Nguyễn Thị Hằng^{1*}, Trần Thị Hồng¹, Nguyễn Minh Châu²

¹*Khoa Đảm bảo chất lượng, Viện Kiểm nghiệm an toàn vệ sinh thực phẩm Quốc gia, Hà Nội*

²*Khoa Kim loại và vi khoáng, Viện Kiểm nghiệm an toàn vệ sinh thực phẩm Quốc gia, Hà Nội*

(Ngày đến tòa soạn: 27/12/2022; Ngày chấp nhận đăng: 09/03/2022)

Tóm tắt

Mẫu chuẩn là công cụ quan trọng trong đảm bảo giá trị sử dụng của kết quả thử nghiệm. Việc sử dụng mẫu chuẩn ở Việt nam hiện nay còn hạn chế do việc cung cấp phụ thuộc các nhà sản xuất mẫu chuẩn nước ngoài với chi phí cao, chưa có nhà sản xuất trong nước đối với các mẫu chuẩn nước và thực phẩm. Nghiên cứu này nhằm đưa ra được quy trình sản xuất mẫu chuẩn phân tích kim loại nặng Pb, Cd, As và Hg trong nước. Các mẫu sản xuất đã đạt được độ đồng nhất và ổn định trong thời gian 318 ngày kể từ ngày sản xuất. Với các giá trị của mẫu chuẩn phù hợp với nồng độ cần phân tích của các kim loại nặng trong mẫu nước thông thường. Độ không đảm bảo đo trong khoảng từ 7,0 - 21,7 %. Các mẫu này có thể được sử dụng để kiểm soát chất lượng nội bộ cho các phòng thử nghiệm. Kết quả nghiên cứu đưa ra quy trình chuẩn cho các lần sản xuất sau cho mẫu phân tích kim loại nặng trong nước và cũng là tiền đề để tiếp tục nghiên cứu các mẫu chuẩn với nền mẫu và các chỉ tiêu phân tích khác.

Từ khóa: *mẫu chuẩn, sản xuất mẫu chuẩn, nước, kim loại nặng, Pb, Cd, As, Hg.*

1. ĐẶT VẤN ĐỀ

Mẫu chuẩn là công cụ chính để đảm bảo chất lượng và độ tin cậy của kết quả thu được trong phân tích và thử nghiệm. Mẫu chuẩn, được cung cấp bởi nhà sản xuất có năng lực - đáp ứng yêu cầu của ISO 17034, đóng vai trò quan trọng trong xác nhận giá trị sử dụng của phương pháp, kiểm soát chất lượng thử nghiệm [1,2].

Viện Kiểm nghiệm an toàn vệ sinh thực phẩm quốc gia với vai trò là phòng thí nghiệm kiểm chứng về kiểm nghiệm an toàn thực phẩm nên việc đảm bảo giá trị sử dụng của kết quả thử nghiệm luôn được đặt lên hàng đầu. Viện không chỉ tham gia rất nhiều các chương trình thử nghiệm thành thạo mà còn phải sử dụng nhiều loại mẫu chuẩn, mẫu tham chiếu để kiểm soát trong quá trình thử nghiệm giúp đảm bảo tính chính xác của kết quả thử nghiệm. Ngoài ra, Viện cũng là nơi để các phòng thử nghiệm thực phẩm tìm kiếm sự hỗ trợ về thông tin và nguồn mẫu chuẩn, mẫu tham chiếu. Do đó sản xuất mẫu chuẩn là một trong những nhiệm vụ cần thiết đối với hoạt động của Viện.

* Điện thoại: 0982415758

Email: nth202@gmail.com

Để kiểm soát chất lượng thử nghiệm, phòng thử nghiệm có thể lựa chọn nhiều phương pháp để đảm bảo giá trị sử dụng của kết quả thử nghiệm như tham gia thử nghiệm thành thạo, so sánh liên phòng, sử dụng mẫu chuẩn hoặc mẫu kiểm soát chất lượng nội bộ,... [1]. Sử dụng mẫu chuẩn hoặc mẫu kiểm soát chất lượng là một trong những lựa chọn cho các phòng thử nghiệm. Phòng thử nghiệm có thể chủ động trong bố trí đánh giá và thiết kế thí nghiệm mà không bị ảnh hưởng bởi các điều kiện khách quan như: việc tham gia thử nghiệm thành thạo đôi khi không khả thi do không đảm bảo kinh phí tham gia, không có nhà cung cấp hoặc không có chương trình phù hợp với nền mẫu và chỉ tiêu cần tham gia. Mặc dù, nhu cầu sử dụng mẫu chuẩn trong phòng thử nghiệm là thiết yếu nhưng chưa có nhà sản xuất mẫu chuẩn trong nước đáp ứng nhu cầu của các phòng thử nghiệm.

Nước là nguồn nguyên liệu thiết yếu trong cuộc sống sinh hoạt hàng ngày. Nước nhiễm kim loại nặng ảnh hưởng đến an toàn thực phẩm và sức khỏe người dân. Để kiểm soát an toàn thực phẩm trong nước, việc sản xuất mẫu chuẩn kim loại nặng (Pb, Cd, As và Hg) trong nước là cần thiết. QCVN 6-1:2010/BYT quy định giới hạn tối đa hàm lượng các kim loại Pb, Cd và As trong nước khoáng thiên nhiên và nước uống đóng chai tương ứng là 10; 3; và 10 $\mu\text{g/L}$; giới hạn tối đa của Hg trong nước khoáng thiên nhiên là 1 $\mu\text{g/L}$ còn trong nước uống đóng chai là 6 $\mu\text{g/L}$ [3].

2. VẬT LIỆU VÀ PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU

2.1. Đối tượng/vật liệu nghiên cứu

Mẫu chuẩn kim loại nặng Pb, Cd, As, Hg trong nước.

2.2. Hóa chất, chất chuẩn

Các chuẩn kim loại nặng hãng Merck có hàm lượng 1000 ppm: Pb (code 1197770500, lot HC99014576), Cd (code 1197760500, lot HC01336077), As (code 1197730500, lot HC02068273), Hg (code 1702260500, lot HC87404326). Ngoài ra, các hoá chất được dùng trong nghiên cứu bao gồm dung dịch HNO_3 65 % của hãng Merck và các dụng cụ, hóa chất chất thông thường của phòng thử nghiệm được mua từ các hãng có uy tín và đạt độ tinh khiết cần thiết cho nghiên cứu.

2.3. Thiết bị

Việc phân tích mẫu để đánh giá độ đồng nhất và ổn định sử dụng thiết bị khối phổ plasma cao tần cảm ứng (ICP-MS). Sử dụng máy trộn đồng nhất chất lỏng, máy hàn seal và đóng nắp để tạo mẫu và một số thiết bị, dụng cụ thông thường khác của phòng thí nghiệm.

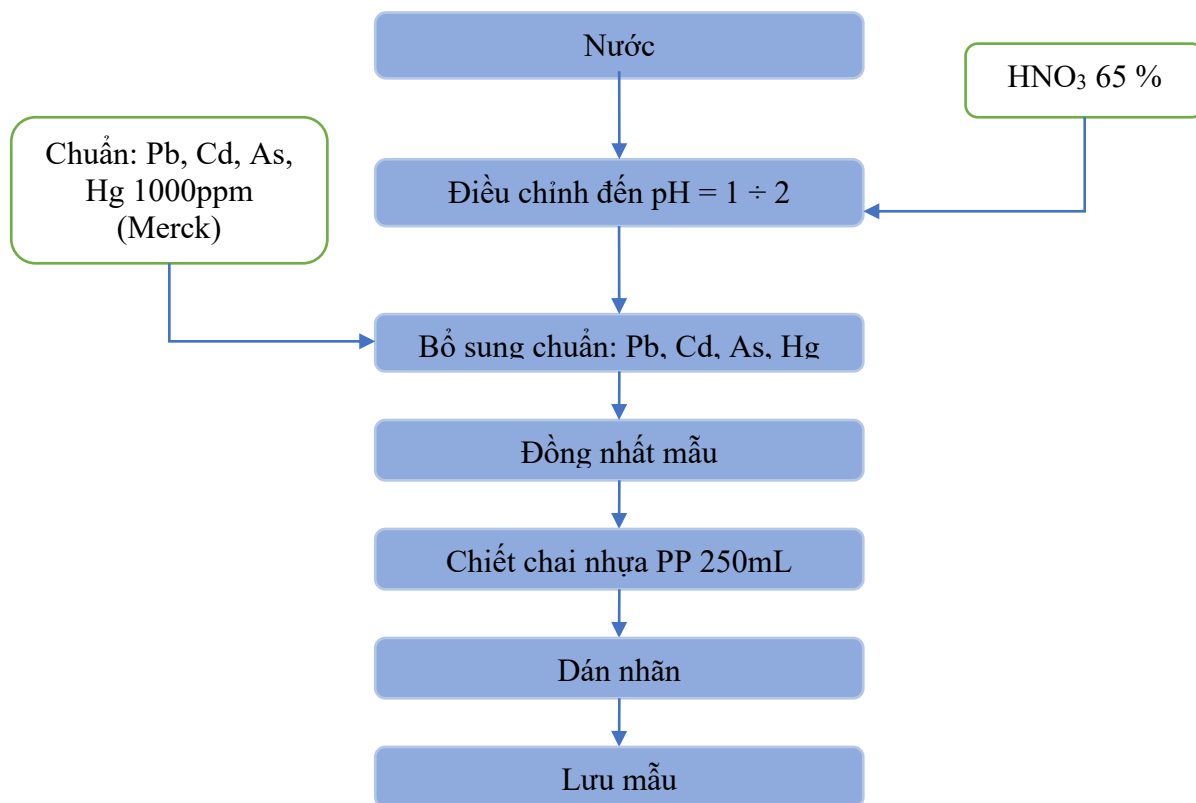
2.4. Phương pháp nghiên cứu

2.4.1. Đánh giá nguyên liệu

Nguyên liệu được kiểm tra và đánh giá theo các QCVN, TCVN hiện hành. Nước nguyên liệu được kiểm tra các chỉ tiêu kim loại [4] theo QCVN 6-1:2010/BYT. Bao bì đựng mẫu được kiểm tra các chỉ tiêu theo QCVN 12-1:2011/BYT [5].

2.4.2. Tạo mẫu

Mẫu nước: sử dụng nước qua hệ thống lọc siêu sạch, điều chỉnh đến pH từ 1 đến 2 [6], bổ sung các chuẩn với nồng độ phù hợp, đồng nhất và chiết mẫu vào chai nhựa, đóng nắp kín [7]. Căn cứ quy chuẩn kỹ thuật QCVN 6-1:2010/BYT để tính toán dự kiến hàm lượng Pb, As lần lượt là: 20 - 25 $\mu\text{g/L}$, Cd là 5 - 10 $\mu\text{g/L}$, Hg là 1 - 3 $\mu\text{g/L}$. Quy trình sản xuất mẫu cụ thể như ở Hình 1.



Hình 1. Quy trình sản xuất mẫu chuẩn kim loại nặng trong nước

2.4.3. Phân tích mẫu đánh giá kết quả đồng nhất, ổn định

Trong số lô mẫu được tạo, chọn ngẫu nhiên 10 mẫu, kiểm nghiệm các chất phân tích. Đánh giá sự khác biệt giữa các kết quả có ý nghĩa thống kê hay không để kết luận lô mẫu có hay không tính đồng nhất [8,9].

Đánh giá độ ổn định theo thời gian: Mẫu được bảo quản ở điều kiện $25 \pm 5^\circ\text{C}$ trong phòng lưu mẫu được kiểm soát nhiệt độ và độ ẩm hàng ngày. Trong thời gian từ ngày sản xuất đến 9 tháng, mỗi tháng lấy ra 2 hoặc 3 mẫu ngẫu nhiên và sau 9 tháng, chu kỳ mỗi 3 tháng lấy tối thiểu 2 mẫu, kiểm nghiệm và đánh giá kết quả, kiểm tra độ ổn định của mẫu [8].

Đánh giá độ ổn định bằng lão hóa cấp tốc và ước tính thời gian: Mẫu được để trong tủ vi khí hậu để lão hóa cấp tốc ở $45 \pm 2^\circ\text{C}$, định kỳ mỗi tháng lấy tối thiểu 2 mẫu kiểm nghiệm [8].

Xác định hàm lượng kim loại nặng (Pb, Cd, As, Hg) có trong mẫu theo phương pháp SMEWW 3125B bằng thiết bị ICP-MS [4]. Các phương pháp đã được công nhận phù hợp ISO/IEC 17025.

2.4.4. Xác định giá trị ấn định và độ không đảm bảo đo của giá trị ấn định

Giá trị ấn định xác định bằng cách gửi mẫu đến 17 phòng thử nghiệm được lựa chọn có đủ năng lực. Các giá trị thu được được xử lý loại bỏ giá trị thô bằng kiểm định Grubb đơn. Giá trị ấn định được tính như sau [8]:

$$x_{RM} = \frac{\sum x_i}{p}$$

Trong đó: x_{RM} : giá trị tham chiếu

x_i : giá trị thu được của phòng thử nghiệm thứ i

p : số lượng phòng thử nghiệm

Độ không đảm bảo đo của giá trị ấn định được biểu thị qua độ không đảm bảo đo đặc tính, độ không đảm bảo đo đồng nhất và độ không đảm bảo đo ổn định và được tính như sau:

$$u_{CRM} = \sqrt{u_{char}^2 + u_{hom}^2 + u_{lts}^2}$$

Trong đó: u_{CRM} : độ không đảm bảo đo của giá trị tham chiếu

u_{char} : độ không đảm bảo đo đặc tính của các phòng thử nghiệm

u_{hom} : độ không đảm bảo đo của nghiên cứu độ đồng nhất

u_{lts} : độ không đảm bảo đo của nghiên cứu độ ổn định dài hạn

2.4.5. Xử lý số liệu

Sử dụng phần mềm R phân tích phương sai một yếu tố (one-way analysis of variance – ANOVA) để đánh giá tính đồng nhất, kiểm định F.test và T.test để đánh giá độ ổn định và Microsoft Excel để đánh giá độ ổn định dài hạn và xác định giá trị ấn định, độ không đảm bảo đo của giá trị ấn định.

3. KẾT QUẢ VÀ BÀN LUẬN

3.1. Kiểm tra nguyên vật liệu

Chai đựng mẫu nước được lựa chọn là chai nhựa PP, hãng SPL, xuất xứ Hàn Quốc, dung tích 250ml và đạt các yêu cầu theo quy định tại QCVN 12-1:2011/BYT.

Mẫu nước nguyên liệu được lựa chọn là nước qua hệ thống lọc siêu sạch Milli-Q Integral (hãng sản xuất: Merck). Tại thời điểm lấy mẫu, các thông số về điện trở suất, độ dẫn điện đáp ứng yêu cầu của nhà sản xuất. Mẫu cũng được kiểm tra chỉ tiêu Pb, Cd, As, Hg, các kết quả thu được đều đạt yêu cầu theo QCVN 6-1:2010/BYT.

3.2. Quy trình tạo mẫu

Thực hiện theo quy trình tạo mẫu đưa ra và căn cứ các nồng độ QCVN 6-1:2010/BYT đã tạo ra được lô mẫu gồm: 180 chai nước ×250 mL/chai.

3.3. Kết quả phân tích độ đồng nhất

Sau khi tạo được lô mẫu, mẫu được sắp xếp lần lượt và đánh thứ tự từ 1 đến hết theo thứ tự tăng dần. Lựa chọn 10 mẫu ngẫu nhiên phân tích và đánh giá độ đồng nhất. Kết quả phân tích và đánh giá độ đồng nhất mẫu nước được đưa ra ở Bảng 1.

Bảng 1. Kết quả kiểm nghiệm đánh giá độ đồng nhất hàm lượng As, Cd, Pb, Hg trong mẫu

TT	Mẫu số	Kết quả (µg/L)							
		Pb		Cd		As		Hg	
		Lần 1	Lần 2	Lần 1	Lần 2	Lần 1	Lần 2	Lần 1	Lần 2
1	128	21,7	21,5	7,26	7,41	23,8	22,7	1,30	1,27
2	152	20,9	21,3	7,31	7,38	23,1	23,4	1,26	1,31
3	68	21,5	21,9	7,46	7,16	23,8	22,1	1,29	1,24
4	32	22,0	21,4	7,4	7,41	24,3	23,8	1,2	1,26
5	23	20,5	21,2	7,38	7,26	22,7	24,3	1,23	1,2
6	151	22,9	21,5	6,45	6,61	24,3	23,3	1,26	1,29
7	75	21,9	21,7	7,38	7,46	24,7	23,3	1,24	1,21
8	45	21,9	21,8	7,46	7,41	24,3	23,4	1,21	1,19
9	142	21,3	21,4	7,41	7,38	23,8	22,3	1,28	1,26
10	126	21,9	21,3	7,26	5,79	24,1	23,4	1,23	1,28

Sử dụng phân tích ANOVA phương sai một yếu tố trong phần mềm R thu được các giá trị P-value > 0,05. Do vậy sự khác biệt giữa các mẫu không có ý nghĩa thống kê. Vậy mẫu đạt độ đồng nhất hàm lượng Pb, Cd, As, Hg.

3.4. Kết quả theo dõi và phân tích độ ổn định

Mẫu được đánh giá độ ổn định ở 2 điều kiện: ở nhiệt độ phòng tại kho lưu mẫu được kiểm soát nhiệt độ, độ ẩm hàng ngày và ở tủ vi khí hậu.

3.4.1. Theo dõi ở nhiệt độ phòng

Kết quả phân tích theo dõi độ ổn định được đưa ra như Bảng 2.

Bảng 2. Kết quả phân tích mẫu nước theo dõi độ ổn định

STT	Thời gian (ngày)	Hàm lượng ($\mu\text{g/L}$)							
		Pb		Cd		As		Hg	
		Lần 1	Lần 2	Lần 1	Lần 2	Lần 1	Lần 2	Lần 1	Lần 2
1.	45	20,4	19,1	6,73	6,75	21,4	21,2	1,41	1,42
		21,5	21,6	6,93	6,91	22,7	22,9	1,13	1,24
		21,2	21,0	6,88	6,99	21,9	22,4	1,03	1,02
		21,5	22,8	7,07	7,08	23,1	24,5	1,13	1,15
		20,2	20,1	6,96	7,01	20,4	20,9	1,33	1,31
2.	85	22,3	22,5	7,21	7,29	22,3	21,6	1,18	1,26
		19,8	20,5	7,17	7,09	21,4	21,2	1,28	1,25
		20,4	20,2	6,92	6,85	22,7	22,9	1,09	1,15
		20,4	20,1	6,97	7,08	24,1	22,7	1,13	1,05
		21,4	20,9	6,74	6,85	23,1	24,5	1,19	1,31
3.	105	20,6	22,1	7,27	6,93	21,9	22,4	1,21	1,25
		20,7	20,5	7,21	7,29	22,1	21,6	1,25	1,23
		22,1	20,9	7,17	7,09	22,4	22,3	1,06	1,05
		20,6	21,6	6,74	6,85	24,3	23,8	1,14	1,16
		20,9	21,7	7,05	6,96	24,7	24,3	1,10	1,27
4.	146	20,8	21,1	7,41	7,16	21,2	21,3	1,21	1,23
		21,1	21,3	7,41	7,35	23,1	24,3	1,19	1,18
		22	20,6	7,38	7,26	23,8	22,3	0,98	0,95
		21,4	21,3	6,54	6,75	24,1	23,3	1,14	1,16
		21,4	21,3	7,38	7,46	23,2	21,9	1,09	1,19
5.	152	22,4	21,9	6,97	7,01	23,7	23,4	1,05	1,02
		19,9	19,8	6,82	6,85	20,4	20,9	1,23	1,21
6.	168	19,8	19,2	7,13	7,09	21,2	20,8	1,17	1,13
		21,7	20,9	6,44	6,2	20,8	20,2	1,19	1,21
		20,0	19,2	6,72	6,56	22,7	21,9	0,95	0,99
7.	227	22,0	21,0	6,63	6,74	22,3	22,8	1,12	1,14
		19,7	20,2	6,75	6,67	23,2	23,1	0,97	0,94
		19,1	19,8	6,79	6,81	20,1	20,2	1,11	1,13
8.	318	21,5	21,7	6,66	6,69	21,9	22,4	0,98	0,92
		20,2	21,9	6,96	6,98	20,3	20,2	1,05	0,99
		19,6	19,7	7,09	6,98	22,1	21,8	1,21	1,09

Sử dụng kiểm định F-test và T-test trong phần mềm Excel thu được các giá trị P-value > 0,05 do đó sự khác biệt giá trị trung bình giữa hai mẫu phân tích lặp và các lần phân tích không có ý nghĩa thống kê. Các biến đổi này có thể do sai số của phương pháp phân tích. Hàm lượng Hg có xu hướng giảm dần theo thời gian. Biến đổi này có thể do sai số của phương pháp phân tích hoặc do Hg bị giảm đi do việc hấp phụ vào thành bình. Như vậy mẫu đạt độ ổn định đến thời điểm 318 ngày kể từ ngày sản xuất ở điều kiện nhiệt độ thường ($25 \pm 2^\circ\text{C}$).

3.4.2. Theo dõi ở tủ vi khí hậu

Điều kiện cài đặt tại tủ vi khí hậu: nhiệt độ: $45 \pm 2^\circ\text{C}$, độ ẩm: $75 \pm 5\%$. Kết quả được đánh giá ở Bảng 3.

Bảng 3. Kết quả phân tích hàm lượng kim loại trong mẫu

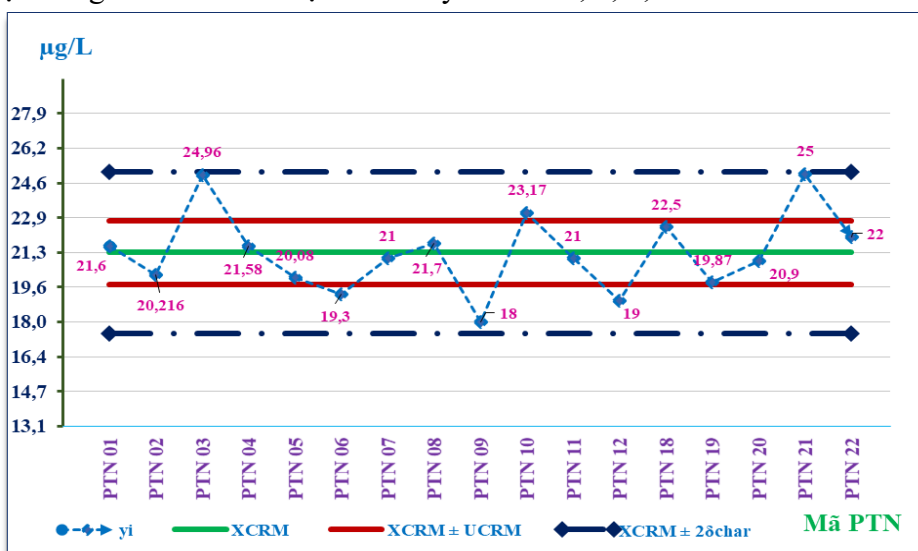
STT	Thời gian (ngày)	Hàm lượng ($\mu\text{g/L}$)							
		Pb		Cd		As		Hg	
		Lần 1	Lần 2	Lần 1	Lần 2	Lần 1	Lần 2	Lần 1	Lần 2
1.	30	20,1	19,9	7,51	7,51	22,9	22,4	0,29	0,28
		19,9	19,7	7,52	7,39	22,5	22,8	0,37	0,33
2.	44	20,5	21,2	7,61	8,10	23,6	21,8	< 0,50	< 0,50
		20,1	20,8	7,66	7,88	23,4	24,8	< 0,50	< 0,50

Các kết quả được đánh giá so với kết quả đánh giá độ đồng nhất. Các giá trị $P_r > 0,05$ đối với hàm lượng Pb, Cd, As, do vậy không có sự khác nhau giữa các mẫu. Đối với hàm lượng Hg không ổn định do tính chất của Hg dễ bị bay hơi.

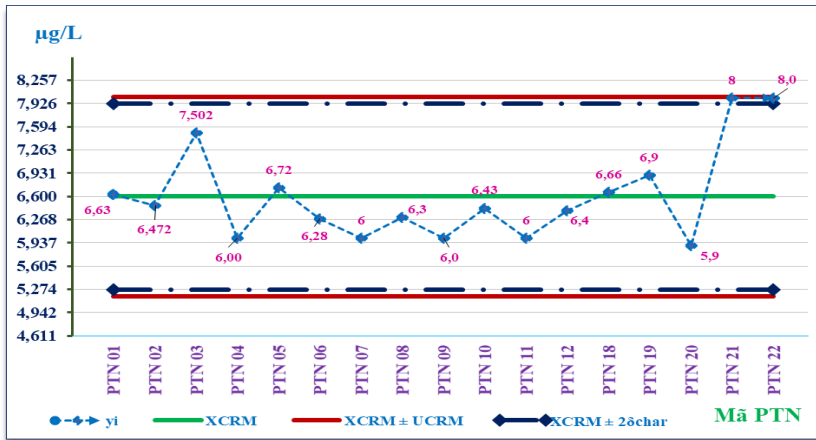
Độ ổn định của mẫu được ước tính bằng phương pháp Q10. Kết quả dự kiến mẫu ổn định trong 293 ngày đối với hàm lượng Pb, Cd, As trong nước ở nhiệt độ 25°C . Vì tính chất dễ bay hơi của Hg nên không theo dõi và đánh giá chỉ tiêu này ở điều kiện nhiệt độ cao, nhóm sẽ tiếp tục theo dõi độ ổn định ở nhiệt độ phòng.

3.5. Giá trị ấn định và độ không đảm bảo đo

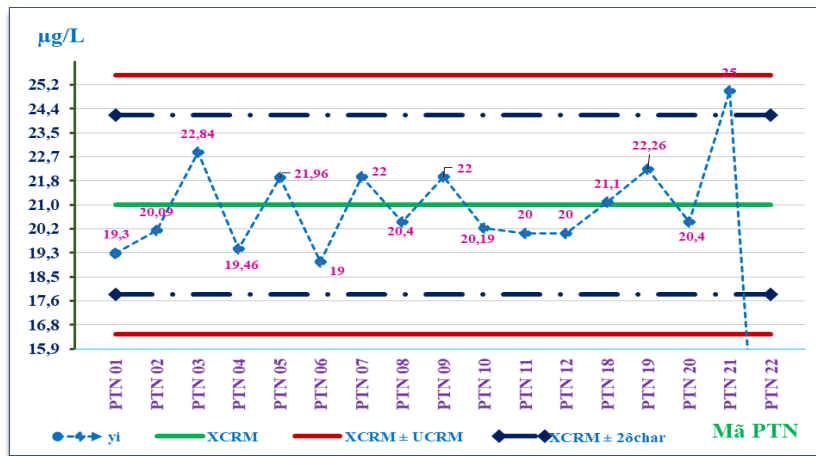
Mẫu được gửi tới 17 PTN yêu cầu phân tích các chỉ tiêu Pb, Cd, As, Hg. Giá trị ấn định và độ không đảm bảo đo được trình bày ở Hình 1, 2, 3, 4.



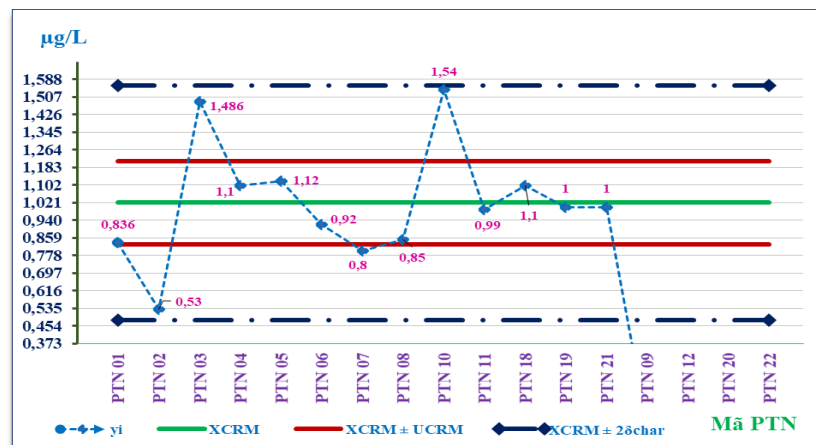
Hình 1. Đồ thị biểu thị giá trị ấn định, ĐKĐBĐ và kết quả của các PTN với hàm lượng Pb



Hình 2. Đồ thị biểu thị giá trị ấn định, ĐKĐBĐ và kết quả của các PTN với hàm lượng Cd



Hình 3. Đồ thị biểu thị giá trị ấn định, ĐKĐBĐ và kết quả của các PTN với hàm lượng As



Hình 4. Đồ thị biểu thị giá trị ấn định, ĐKĐBĐ và kết quả của các PTN với hàm lượng Hg

Các kết quả cho giá trị ấn định và độ không đảm bảo đo của hàm lượng Pb là $21,3 \pm 0,748 \mu\text{g/L}$; hàm lượng Cd là: $6,60 \pm 0,712 \mu\text{g/L}$; hàm lượng As là: $21,0 \pm 2,283 \mu\text{g/L}$ và hàm lượng Hg là: $1,02 \pm 0,096 \mu\text{g/L}$.

Nghiên cứu này còn hạn chế về điều kiện nghiên cứu (thiếu tủ vi khí hậu) nên nhóm nghiên cứu chỉ thực hiện theo dõi độ ổn định trong điều kiện lão hóa cấp tốc với thời gian ngắn. Nhóm nghiên cứu sẽ tiếp tục theo dõi sản phẩm ở điều kiện nhiệt độ thường ở các thời điểm 12, 18, 24 tháng để đánh giá hạn sử dụng tối đa của sản phẩm.

4. KẾT LUẬN

Nghiên cứu đã đưa ra quy trình chuẩn cho sản xuất mẫu chuẩn phân tích kim loại nặng (Pb, Cd, As, Hg) trong nước; mẫu ổn định trong thời gian 318 ngày với các giá trị ổn định của hàm lượng Pb, Cd, As, Hg và độ không đảm bảo đo lần lượt là: $21,3 \pm 0,748$; $6,60 \pm 0,712$; $21,0 \pm 2,283$; $1,02 \pm 0,096$ $\mu\text{g/L}$.

LỜI CẢM ƠN

Nghiên cứu này được tài trợ bởi Viện Kiểm nghiệm an toàn vệ sinh thực phẩm quốc gia với mã số đề tài TN.20.07.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1]. TCVN ISO/IEC 17025:2017, Yêu cầu chung về năng lực của phòng thử nghiệm và hiệu chuẩn.
- [2]. ISO 17034:2016, General requirements for the competence of reference material producers
- [3]. QCVN 6-1:2010/BYT, Quy chuẩn kỹ thuật quốc gia đối với nước khoáng thiên nhiên và nước uống đóng chai.
- [4]. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater 3125B, 2017.
- [5]. QCVN 12-1:2011/BYT Quy chuẩn kỹ thuật quốc gia về an toàn vệ sinh đối với bao bì, dụng cụ tiếp xúc trực tiếp với thực phẩm bằng nhựa tổng hợp.
- [6]. TCVN 6663-3:2008 (ISO 5667-3:2003) về Chất lượng nước - Lấy mẫu - Phần 3: Hướng dẫn bảo quản và xử lý mẫu.
- [7]. ISO GUIDE 80:2014, Guidance for the in-house preparation of quality control materials (QCMs).
- [8]. ISO Guide 35:2017, Reference materials - Guidance for characterization and assessment of homogeneity and stability.
- [9]. ISO 13528:2015, Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparison.

Study on the Production of Reference Material of Heavy Metals (As, Cd, Pb, Hg) in Water

Le Thi Phuong Thao¹, Nguyen Thi Hang¹, Tran Thi Hong¹, Nguyen Minh Chau²

¹Laboratory of Quality Assurance, National Institute for Food Control, Hanoi, Vietnam

²Laboratory of Heavy Metals and Minerals, National Institute for Food Control, Hanoi, Vietnam

Abstract

Reference materials are an important tool in ensuring the validity of testing results. The use of standard materials in Vietnam is currently limited because the supply depends on foreign standard material manufacturers at a high cost, and there is no domestic manufacturer for water and food reference materials production. This study aims to provide a procedure reference materials production for heavy metals Pb, Cd, As, and Hg analysis in water. The reference materials were homogenized and stable for a period of 318 days from the date of manufacture. With the assigned values consistent with the concentration to be analyzed of the heavy metals in the normal water sample. The measurement uncertainty ranges from 7.0 to 21.7 %. These reference materials can be used for internal quality control for laboratories. The research provides a standard procedure for the following production times for reference materials for heavy metal analysis in water and also a premise for further research on standard samples with matrix and other analytical criteria.

Keywords: Reference material, reference material production, water, heavy metal