

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.046 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 1/7
---	----------------------------------	---

XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG KIM LOẠI (As, Cd, Pb, Zn, Cu, Hg) TRONG ĐẤT (EPA-AOAC METHOD)

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

A. TỔNG QUAN

I. Phạm vi áp dụng.

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định kim loại **Cadimi (Cd)** và **chì (Pb)**, **Arsen (As)**, **Kẽm (Zn)**, **Đồng (Cu)** và **Thủy ngân (Hg)** trong đất bằng kỹ thuật phá mẫu ướt, định lượng trên ICP-MS

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.046 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 2/7
---	--	---

STT	Kim loại	LOD, mg/kg	LOQ, mg/kg
1	As	0.30	1
2	Cd	0.30	1
3	Pb	1	3
4	Cu	2	6
5	Zn	2	6
6	Hg	0.3	1

II. Tài liệu tham khảo.

Tiêu chuẩn này được xây dựng theo: EPA 3050B, AOAC 990.08, SMEWW 3125

III. Nguyên tắc.

Mẫu sau khi phân hủy trong hỗn hợp acid HNO_3 đậm đặc và H_2O_2 30%, định lượng trên ICP-MS.

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

Teflon vessel 75 mL.

ống ly tâm 15 mL

Bếp điện, 200°C

Hotblock 36 cell, 200°C

Giấy lọc Whatman no.41

Cân phân tích chính xác đến 0.01 g.

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.046 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 3/7
---	----------------------------------	---

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.

- HNO₃ đậm đặc
- Nước cất khử ion
- H₂O₂ 30%.

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...) (HNO₃ 2%): 100 mg/L
- Dung dịch chuẩn gốc Hg 1000 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 50 mL, định mức lên 50 g bằng HNO₃ 2%
- Dung dịch chuẩn trung gian Hg 1 mg/L: Cân 0.05 g dung dịch chuẩn gốc 1000 mg/L vào ống ly tâm 50 mL, định mức lên 50 g bằng HNO₃ 2%.
- Dung dịch chuẩn làm việc hỗn hợp kim loại (As, Cd, Pb, Cu, Zn) và Hg được pha theo bảng sau:

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.046 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 4/7
---	--	---

STT	V chuẩn trung gian, 1 mg/L	V định mức, mL	nồng độ, ppb	kim loại
1	0.25	50	5	As, Cd, Pb, Cu, Zn
2	0.5		10	
3	1.25		25	
4	2.5		50	
5	5		100	
6	10		200	
7	25		500	

STT	V chuẩn trung gian, 1 mg/L	V định mức, mL	nồng độ, ppb	kim loại
1	0.05	50	1	Hg
2	0.1		2	
3	0.25		5	
4	0.5		10	
5	1.25		25	
6	2.5		50	

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: 0.5 ppm, 1 ppm, 2 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.

Cân khoảng 1-2 g mẫu cho vào beaker 250 mL, thêm 1 mL Au 20 ppm, thêm vào 10 mL HNO₃ 50%. Dùng mặt kính đồng hồ đáy beaker, đun nhẹ ở 95°C (không được sôi) trong 10-15 phút (lưu ý: tránh bị trào bọt, làm mất mẫu). Sau đó để mẫu nguội, thêm vào 5 mL HNO₃ đậm đặc, đầy nắp, đun nhẹ ở 95°C trong 30 phút. Lặp lại tương tự với 5 mL HNO₃ đậm đặc đến khi mẫu không còn bốc khói nâu..

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.046 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 5/7
---	----------------------------------	---

Mở nắp kính và đun bay hơi còn khoảng 5 mL (không được để cạn mẫu). Sau khi để mẫu nguội, cho vào 2 mL nước và 3 mL H₂O₂ 30%, đun nhẹ từ từ đến khi hết sủi bọt. Để mẫu nguội, thêm vào 1 mL H₂O₂ 30% (x3), đun nhẹ đến khi hết sủi bọt. Thêm vào khoảng 5-10 mL nước, đun nhẹ. Để mẫu nguội, chuyển mẫu vào bình định mức 100 mL. Lọc mẫu, thu lấy dịch lọc (sau khi loại bỏ 5-10 mL đầu), phân tích mẫu trên ICP-MS. Pha loãng mẫu nếu cần.

Thực hiện mẫu trắng 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.046 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				
Cu	63				
Zn	66				
Hg	202				

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

- Rửa hệ thống với dung dịch acid HNO₃ 2 % trong khoảng 10 phút
- Tiêm mẫu trắng đường chuẩn, acid HNO₃ 2%
- Chạy đường chuẩn từ thấp đến cao gồm các nguyên tố cần phân tích
- Rửa lại hệ thống với acid HNO₃ 2%
- Tiêm chuẩn kiểm tra, sử dụng 2 điểm giữa đường chuẩn
- Tiêm dung dịch rửa hệ thống, acid HNO₃ 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 HNO₃ 2%.

C. TÍNH TOÁN KẾT QUẢ.

Kết quả được tính theo công thức sau:

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.046 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 7/7
---	----------------------------------	---

$$C = \frac{C_0 * V_{dm} * f}{m * 1000}$$

- C : Hàm lượng của kim loại trong mẫu, mg/kg (ppm)
- C_0 : nồng độ chất phân tích dựa trên đường chuẩn, $\mu\text{g/L}$
- 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 (≤ 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