

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.174 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 1/7
---	----------------------------------	---

**XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG KIM LOẠI**  
**CHÌ (Pb), CADIMI(Cd), ARSEN(As), THỦY NGÂN(Hg)**  
**TRONG PHÂN BÓN BẰNG KỸ THUẬT PHÁ MẪU ƯỚT (ICP-MS)**

Nhân viên biên soạn	Nhân viên xem xét	Nhân viên phê duyệt
Trần Minh Thứ	Trịnh Thị Minh Nguyệt	Trịnh Thị Minh Nguyệt

**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.**

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	<b>HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH</b>	Mã số: HD.TN.174 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 2/7
---	--	---

- Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định kim loại Arsen (As), Cadimi (Cd), Chì (Pb), Thủy ngân (Hg) trong phân bón bằng kỹ thuật phá mẫu ướt (ICP-MS).

STT	Kim loại	LOD, mg/kg	LOQ, mg/kg
1	As	0.5	1.5
2	Cd	0.5	1.5
3	Pb	0.5	1.5
4	Hg	0.2	0.6

## II. Tài liệu tham khảo.

- Tiêu chuẩn này được xây dựng dựa theo:
  - o TCVN 9290:2012 (Pb)
  - o TCVN 9291:2012 (Cd)
  - o TCVN 8467:2010 (As)
  - o TCVN 10676:2015 (Hg)
  - o SMEWW 3125: 2012 (ICPMS)

## III. Nguyên tắc.

- Mẫu sau khi được phân hủy trong hỗn hợp HCl và HNO<sub>3</sub> sẽ được 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.

- Erlen 100 mL, 250 mL
- Beaker 100 mL, 500 mL
- Bình định mức 50 mL

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.174 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 3/7
---	----------------------------------	---

- Ống ly tâm 15 mL, 50 mL
- Bếp điện, 200°C
- Giấy lọc Whatman no.41
- Cân phân tích chính xác đến 0.01 g.
- Tủ hút hơi acid.

## 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: tinh khiết phân tích
- Nước cất khử ion
- HCl đậm đặc: tinh khiết phân tích
- H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30%: tinh khiết phân tích
- Khí Argon 99.999%.

### 2. Chất chuẩn.

#### a. Thông tin về chất chuẩn

STT	Tên chất chuẩn	Hãng sản xuất	Độ tinh khiết	Hạn sử dụng
1	As, Pb, Cd	High-Purity Standard hoặc tương đương	100 ± 5 mg/L	2/11/2018
2	Hg	AccuStandard hoặc tương đương	1000 ± 50 mg/L	11/2018

#### b. Pha dung dịch chuẩn trung gian

- *Dung dịch chuẩn trung gian As, Cd, Pb 10 mg/L*: cân 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 trung gian As, Cd, Pb 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 trung gian Hg 10 mg/L: cân 0.5 g dung dịch chuẩn gốc 1000mg/L vào ống ly tâm 50ml, định mức lên 50 g bằng HNO<sub>3</sub> 2%.
- Dung dịch chuẩn trung gian Hg 1mg/L: cân 5 g dung dịch chuẩn Hg 10mg/L vào ống ly tâm 50ml, định mức lên 50 g bằng HNO<sub>3</sub> 2%.

c. Pha đường chuẩn làm việc

- Từ các dung dịch chuẩn gốc và trung gian, tiến hành pha loãng trong dung dịch axit HNO<sub>3</sub> 2% để được các dung dịch chuẩn làm việc có nồng độ từ 5-5000 µg/L.
- o Cách pha các dung dịch chuẩn làm việc của hỗn hợp Cd, Pb, As:

Stt	$m_{\text{std trung gian}}$ , g	$m_{\text{định mức}}$ , g	$C_{\text{std}}$ , µg/L
1 } <b>1ppm</b>	0.25	50	5.0
2 }	0.50	50	10.0
3 }	0.125	50	25.0
4 } <b>10ppm</b>	0.25	50	50.0
5 }	0.50	50	100.0
6 }	1.00	50	200.0
7 }	0.25	50	500.0
8 } <b>100ppm</b>	0.50	50	1000.0
9 }	1.00	50	2000.0
10 }	2.50	50	5000.0

o Cách pha các dung dịch chuẩn làm việc của Hg:

Stt	$m_{\text{std trung gian}}$ , g	$m_{\text{định mức}}$ , g	$C_{\text{std}}$ , µg/L
1 } <b>1ppm</b>	0.25	50	5.0
2 }	0.50	50	10.0
3 }	0.125	50	25.0

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.174 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 5/7
---	----------------------------------	---

4	10ppm	0.25	50	50.0
5		0.50	50	100.0
6		1.00	50	200.0
7		2.50	50	500.0

### 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.
- Spike trên nền mẫu blank ít nhất một trong các mức nồng độ: 2, 5, 10 ppm hoặc thực hiện mẫu QC phòng thí nghiệm do trường nhóm quyết định.

### 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 0.5-2 g mẫu cho vào beaker 250 mL, thêm 15mL hỗn hợp HCl:HNO<sub>3</sub>=3:1 ngâm ít nhất 4 giờ. Sau đó, đun nhẹ ở 120°C trong 1 giờ, tiếp tục tăng nhẹ nhiệt độ đến <200°C, duy trì trong 3giờ, và tiếp tục cô cạn, để mẫu nguội, thêm vào 5 mL HCl 10%, đun sôi 5 phút. Để mẫu nguội, chuyển toàn bộ vào bình định mức 50 mL, tráng bình bằng nước cất và định mức đến vạch, lọc. 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		

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.174 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 6/7
---	----------------------------------	---

Scan Mode	Peak Hopping		
Dwell Time	100 ms		
<b>Signal Processing</b>		<b>Liquid uptake and washout settings</b>	
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	Delay and analysis speed	26 rpm
Blank Subtractions	After internal standard	Wash time	35s
Baseline Readings	0	Wash speed	48 rpm
Smoothing	Yes, factor 5		

analytes	isotopes	Internal standard	Interferences		Corrections
			background molecular ions	matrix molecular ions	
As	75				- 3.127 * Se77 + 2.733 * Se82
Pb	207				+ Pb206 + Pb207
Cd	111				- 1.073*(Pd108 - 0.712 * Pd106)
Hg	202				

## 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
- Tiêm dung dịch rửa hệ thống, acid HNO<sub>3</sub> 2%
- Tiêm mẫu trắng phương pháp

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.174 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 7/7
---	----------------------------------	---

- 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:

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

Trong đó:

- o *C*: Hàm lượng của kim loại trong mẫu, mg/kg (ppm)
- o *C<sub>0</sub>*: nồng độ chất phân tích dựa trên đường chuẩn, µg/L
- o *V<sub>dm</sub>*: Thể tích định mức, mL
- o *m*: khối lượng cân, g
- o *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<sup>2</sup>) 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 ±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 ±10 %.
- Mẫu QC phòng thí nghiệm: nồng độ nằm trong giới hạn biểu đồ kiểm soát (control chart)

### E. BÁO CÁO KẾT QUẢ.

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