

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.063 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 1/8
---	----------------------------------	---

XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CÁC KIM LOẠI B, Mo, Cu, Zn, Mn, Ca, Mg, K 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	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

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.063 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 2/8
---	----------------------------------	---

I. Phạm vi áp dụng.

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định kim loại B, Mo, Cu, Zn, Mn, K, Ca, Mg trong phân bón bằng kỹ thuật phá mẫu ướt chạy ICP-MS.

STT	Nguyên tố	LOD,mg/kg	LOQ, mg/kg
1	B	5	15
2	Mo	5	15
3	Cu	1	3
4	Zn	5	15
5	Mn	1	3
6	Ca	100	300
7	Mg	100	300
8	K	100	300

II. Tài liệu tham khảo.

Tiêu chuẩn này được xây dựng dựa theo:

- ✓ TCVN 9284:2012 – Ca
- ✓ TCVN 9285:2012 – Mg
- ✓ TCVN 9283:2012 – Mo,Fe
- ✓ TCVN 9286:2012 – Cu
- ✓ TCVN 9288:2012 – Mn
- ✓ TCVN 9289:2012 – Zn
- ✓ TCVN 8562:2010 – K
- ✓ AOAC 965.09

III. Nguyên tắc.

Mẫu sau khi được phân hủy trong hỗn hợp HCl và HNO₃ 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.

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.063 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 3/8
---	--	---

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
- ống ly tâm 15 mL, 50 mL
- Bếp điện, 200⁰C
- 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.

- HNO₃ đậm đặc
- Nước cất khử ion
- HCl đậm đặc
- H₂O₂ 30%.
- Khí Argon 99.999%.

2. Chất chuẩn.

- Dung dịch chuẩn gốc đơn các kim loại B, Mo, Zn, Cu, Mn: 1000 mg/L
- Dung dịch chuẩn hỗn hợp kim loại Ca, Mg, K, Na: 10000mg/L

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.063 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 4/8
---	----------------------------------	---

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)

a. Dung dịch chuẩn

Từ các dung dịch chuẩn gốc, tiến hành pha loãng trong dung dịch axit HNO_3 2% để được các dung dịch chuẩn có nồng độ từ 5-2000 μmL .

a.1 Với nguyên tố Ca, Mg, K

- Dung dịch chuẩn trung gian 500mg/L:

Cân chính xác 5 ± 0.01 g dung dịch chuẩn gốc 5000 mg/L vào ống ly tâm 50mL, định mức đến 50 g bằng HNO_3 2%.

- Dung dịch chuẩn trung gian 50mg/L:

Cân chính xác 5 ± 0.01 g từ dung dịch chuẩn trung gian 500 mg/L vào ống ly tâm 50mL, định mức đến 50 g bằng HNO_3 2%.

- Dung dịch chuẩn làm việc: Ca, Mg, K

Chuẩn làm việc	m chuẩn trung gian (g)	Pha từ chuẩn trung gian, ppm	m định mức (g)	Nồng độ chuẩn làm việc, ppm
1	0.5	50	50.0	0.50
2	1.25		50.0	1.25
3	2.5		50.0	2.50
4	5.0		50.0	5.00
5	12.5		50.0	12.50
6	25.0		50.0	25.0
7	5.0	500	50.0	50.0

a.2 Với nguyên tố B, Mo, Zn, Cu, Mn

- Dung dịch chuẩn trung gian (B, Mo, Zn, Cu, Mn) 100 mg/L

Cân chính xác khoảng 5 ± 0.01 g mỗi dung dịch chuẩn gốc kim loại 1000 mg/L vào ống ly tâm 50 mL, định mức đến 50 g bằng nước HNO_3 2%.

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.063 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 5/8
---	----------------------------------	---

- Dung dịch chuẩn làm việc: Bo, Mo, Cu, Zn, Mn

Chuẩn làm việc	m chuẩn trung gian (g)	Pha từ chuẩn trung gian, ppm	m định mức (g)	Nồng độ chuẩn làm việc, ppm
1	0.0625	100	50	0.10
2	0.125		50	0.25
3	0.25		50	0.50
4	0.5		50	1.00
5	1		50	2.00
6	2.5		50	5.00
7	5		50	10.0

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 phòng thí nghiệm do trưởng 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 1-2 g mẫu cho vào beaker 250 mL, thêm 15mL hỗn hợp HCl : HNO₃=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 3 giờ, 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.

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

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.063 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 6/8
---	---	---

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		

analytes	isotopes	Internal standard	Interferences		Corrections
			background molecular ions	matrix molecular ions	
Na	23				
Mg	24		CN+		
Al	27				
K	39		38ArH+		

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.063 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 7/8
---	----------------------------------	---

Ca	44			37ClO+	
Mn	55		ArNH+		
Cu	63				
Zn	66			37ArCl+	
Mo	98			81BrO+	

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:

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

- *C*: Hàm lượng của kim loại trong mẫu, mg/kg (ppm)
- *C₀*: nồng độ chất phân tích dựa trên đường chuẩn, µg/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

<p>CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ</p>	<p>HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH</p>	<p>Mã số: HD.TN.063 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 8/8</p>
--	---	--

- 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 ± 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 RM 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 BM.15.04a, BM.15.06