

[illegible]

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.065 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 2/6
---	----------------------------------	---

## A. TỔNG QUAN

### I. Phạm vi áp dụng.

Tiêu chuẩn quy định phương pháp xác định kali hữu hiệu của các loại phân bón. Giới hạn phát hiện của phương pháp là 0.02%, giới hạn định lượng 0.06 %.

STT	Kim loại	LOD, %	LOQ, %
1	K <sub>2</sub> O hh	0.02	0.06

### II. Tài liệu tham khảo.

Tiêu chuẩn này được xây dựng dựa theo: TCVN 8560-2010

### III. Nguyên tắc.

Mẫu sau khi được chiết trong HCl 0.05N 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 200 mL
- Ống ly tâm 15 mL, 50 mL
- 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

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.065 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 3/6
---	----------------------------------	---

- 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.

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

### 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)*

- Từ các dung dịch chuẩn gốc, tiến hành pha loãng trong dung dịch axit HCl 0.05N để được các dung dịch chuẩn có nồng độ từ 0.5-50 mg/L.
- Dung dịch chuẩn trung gian 500 mg/L : Cân 2.5 g dung dịch chuẩn gốc 10000 mg/L các kim loại cho vào ống ly tâm 50mL, định mức đến 50 g bằng dung dịch HCl 0.05N.
- Dung dịch chuẩn làm việc

Chuẩn làm việc	$m_{tg\ 50mg/L}$ (g)	Nồng độ trung gian lấy pha chuẩn, ppm	$m_{định\ mức}$ (g)	Nồng độ chuẩn làm việc (mg/L)
1	0.50	50	50	0.5
2	1.0		50	1.0
3	2.5		50	2.5
4	5.0		50	5.0
5	10.0		50	10.0
6	25.0		50	25.0
7	5.0	500	50	50.0

## III. Kiểm soát QA/QC.

<b>CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ</b>	<b>HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH</b>	Mã số: HD.TN.065 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 4/6
--	--	---

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.**

Mẫu được đồng nhất bằng máy xay rồi qua rây có đường kính lỗ 2mm, trộn đều. đối với các mẫu có độ ẩm cao có thể cân một lượng xác định, sấy khô ở nhiệt độ 70°C, xác định độ ẩm, nghiền mịn mẫu khô qua rây làm mẫu phân tích. Lưu ý khi tính kết quả phải nhân với hệ số chuyển đổi từ khối lượng mẫu khô sang khối lượng mẫu thực tế ban đầu.

Cân khoảng 0.2 – 1 g mẫu cho vào bình tam giác 250ml, thêm vào 100ml dung dịch HCl 0.05N và lắc trong vòng 30 phút, sau đó chuyển định lượng vào bình định mức dung tích 200ml thêm dung dịch HCl 0.05N đến vạch định mức lắc đều, để lắng và lọc qua phễu lọc khô lấy dung dịch xác định kali trên ICP-MS.

## **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

<b>CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ</b>	<b>HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH</b>	Mã số: HD.TN.065 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 5/6
--	--	---

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	
K	39				

## 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 HCl 0.05N
- Chạy đường chuẩn từ thấp đến cao của 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
- 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:

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.065 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 6/6
---	----------------------------------	---

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

- $C$ : 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 ( $\leq 20$  mẫu). Độ lệch tương đối giữa hai mẫu lặp lại không quá  $\pm 10\%$ .
- 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 Biểu mẫu BM.15.04a và BM.15.06