

TCVN

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

TCVN 11403:2016

Xuất bản lần 1

**PHÂN BÓN - XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG ASEN TỔNG SỐ
BẰNG PHƯƠNG PHÁP PHỔ HẤP THỤ NGUYÊN TỬ**

Fertilizers - Determination of arsenic content by atomic absorption spectrometry

HÀ NỘI - 2016

Lời nói đầu

TCVN 11403:2016 do Viện Thổ nhưỡng Nông hoá biên soạn, Bộ Nông nghiệp và Phát triển Nông thôn đề nghị, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Phân bón - Xác định hàm lượng asen tổng số bằng phương pháp phổ hấp thụ nguyên tử

Fertilizers - Determination of arsenic content by atomic absorption spectrometry

CẢNH BÁO – Các quy trình, thuốc thử và thiết bị được sử dụng trong tiêu chuẩn này đều có thể trở nên nguy hiểm, đặc biệt như axit đậm đặc, dung dịch asen và các loại khí có áp suất cao. Người sử dụng cần phải thành thạo với các quy trình an toàn cần thiết và phải tuân thủ các quy định của pháp luật (kể cả việc thải bỏ chất thải). Nếu có vướng mắc gì, cần tham khảo ý kiến của các cơ quan có thẩm quyền.

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định hai phương pháp xác định hàm lượng asen tổng số cho phân bón bằng phép đo phổ hấp thụ nguyên tử tạo hydrua và phổ hấp thụ nguyên tử nhiệt điện.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau đây là cần thiết để áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi, bổ sung (nếu có).

TCVN 4851- 1989 (ISO 3696- 1987), *Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm, yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử*;

TCVN 9297:2012, *Phân bón - Phương pháp xác định độ ẩm*;

TCVN 10683:2015 (ISO 8358:1991), *Phân bón rắn -- Phương pháp chuẩn bị mẫu để xác định các chỉ tiêu hóa học và vật lý*.

3 Nguyên tắc

3.1 Nguyên tắc của phương pháp đo phổ hấp thụ nguyên tử tạo hydrua

TCVN 11403:2016

Asen trong phân bón được xác định bằng phương pháp phổ hấp thụ nguyên tử tạo hydrua (HGAAS). Sau khi được chiết rút bằng dung dịch cường thủy, asen trong dịch chiết được khử sơ bộ bằng hỗn hợp axit ascorbic và kali iodua. Sau đó hydrua được hình thành phản ứng với dung dịch natri bohydrua. Hydrua được dòng khí argon mang từ dung dịch vào cuvet thạch anh đã được làm nóng và phân hủy ở nhiệt độ 900 °C và nồng độ asen được đo bằng phổ hấp thụ nguyên tử.

3.2 Nguyên tắc của phương pháp đo phổ hấp thụ nguyên tử nhiệt điện

Asen trong phân bón còn được xác định bằng phương pháp phổ hấp thụ nguyên tử nhiệt điện (ETAAS). Sau khi được chiết rút bằng dung dịch cường thủy, dung dịch mẫu được phân phối vào ống graphit. Khi tăng nhiệt độ ống graphit từng bước một, các quá trình sấy khô, phân hủy nhiệt, phân ly nhiệt giải phóng nguyên tử tự do xảy ra. Tín hiệu hấp thụ được phải là pic đối xứng tương ứng với nồng độ nguyên tố trong dung dịch.

4 Thuốc thử

Trong suốt quá trình phân tích, ngoại trừ trường hợp có những chỉ dẫn riêng, chỉ dùng các thuốc thử tinh khiết phân tích và tinh khiết hóa học. Sử dụng nước cất phù hợp với quy định trong TCVN 4851:1989 (ISO 3696:1987) hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

4.1 Axit clohydric đặc (HCl), 37 %, d = 1,18 g/ml.

4.2 Axit clohydric, pha loãng (1:9).

Cho 100 ml axit clohydric (4.1) vào bình định mức dung tích 1000 ml đã có sẵn 500 ml nước, lắc đều và thêm nước cất đến vạch mức.

4.3 Axit nitric đặc (HNO₃), 65 %, d = 1,51 g/ml.

Phải sử dụng axit nitric cùng một đợt trong suốt quá trình thử.

4.4 Axit nitric, nồng độ 0,5 M

Cho 22 ml axit nitric đặc (4.3) vào bình định mức dung tích 1000 ml đã có sẵn 500 ml nước, lắc đều và thêm nước cất đến vạch mức.

4.5 Dung dịch cường thủy, hỗn hợp axit clohydric đặc và axit nitric đặc tính theo tỷ lệ thể tích (3:1)

Cho 750 ml axit clohydric đặc (4.1) vào bình định mức dung tích 1000 ml đã có sẵn 250 ml axit nitric đặc (4.3).

4.6 Dung dịch cường thủy, pha loãng (1:9)

Cho 100 ml dung dịch cường thủy (4.5) vào bình định mức 1000 ml đã có sẵn 500 ml nước, lắc đều và thêm nước đến vạch mức.

4.7 Dung dịch paladi/ maglê nitrat

4.7.1 Sử dụng dung dịch cải tiến có sẵn trên thị trường.

4.7.2 Chuẩn bị dung dịch cải tiến trong phòng thí nghiệm

Cách thứ nhất: Hòa tan 0,3 g paladi nitrat [$\text{Pd}(\text{NO}_3)_2$] và 0,36 g magiê nitrat [$\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$] trong bình định mức dung tích 100 ml, làm đầy đến vạch mức bằng axit nitric 0,5 M (4.4) và lắc đều.

Cách thứ hai: Hòa tan vào cốc mỏ vịt dung tích 250 ml 0,14 g paladi bột trong 3,5 ml axit nitric đặc (4.3) và cho thêm 10 μl axit clohydric đặc (4.1), làm bay hơi dung dịch đến gần khô trong bếp cách thủy hoặc trên bếp điện. Sau đó cho vào 0,36 g magiê nitrat [$\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$]. Hòa tan hỗn hợp trên trong 50 ml axit nitric 0,5 M (4.4), chuyển dung dịch vào bình định mức dung tích 100 ml, thêm axit nitric 0,5 M (4.4) đến vạch mức và lắc đều. 10 μl dung dịch này có chứa 14 μg Pd và 36 μg $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$.

CHÚ THÍCH 1: Các nhà sản xuất cũng có thể đưa ra các khuyến cáo về nồng độ dung dịch cải tiến paladi/ magiê nitrat khác nhau, do tỷ lệ giữa chất cải tiến và chất cần phân tích phụ thuộc vào thiết kế của lò graphit.

4.8 Dung dịch khử sơ bộ, axit ascorbic và kali iodua

Hòa tan 10 g kali iodua (KI) và 10 g axit ascorbic ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$) vào 200 ml nước, dung dịch dùng trong ngày.

4.9 Dung dịch natri bohydrua

Thành phần dung dịch phụ thuộc vào hệ thống tạo hydrua được sử dụng. Nói chung, nồng độ của natri bohydrua (NaBH_4) thay đổi từ 0,2 g/l đến 10 g/l và nồng độ của natri hydroxit từ 0,5 g/l đến 5 g/l. Tham khảo hướng dẫn của nhà sản xuất để có thêm thông tin.

Hòa tan một lượng natri hydroxit thích hợp vào nước, thêm một lượng natri bohydrua theo khuyến cáo, chờ đến khi hòa tan hoàn toàn, lọc dung dịch qua giấy lọc có đường kính lỗ 0,45 μm rồi hứng vào bình định mức dung tích 1000 ml, thêm nước cất đến vạch mức và lắc đều. Dung dịch chỉ sử dụng trong ngày.

4.10 Dung dịch chuẩn gốc arsen, nồng độ 1000 mg/l.

4.11 Dung dịch chuẩn arsen, nồng độ 100 mg/l

Dùng pipet lấy 10,0 ml dung dịch arsen gốc (4.10) vào bình định mức 100 ml, thêm 1 ml axit nitric đặc (4.3), thêm nước đến vạch mức và lắc đều.

4.12 Dung dịch chuẩn arsen, nồng độ 1 mg/l.

Dùng pipet lấy 1,0 ml của dung dịch chuẩn 100 mg/l (4.11) vào bình định mức dung tích 100 ml. Thêm 2 ml axit nitric đặc (4.3), thêm nước đến vạch mức, lắc đều. Dung dịch sử dụng được trong một tuần.

CHÚ THÍCH 2: Dung dịch gốc bán sẵn có ưu điểm là không cần xử lý các kim loại độc hại. Tuy nhiên cần chú ý là dung dịch phải có giấy chứng nhận hàm lượng chuẩn và phải được kiểm tra thường xuyên.

CẢNH BÁO – Arsen có tính độc cao. Cần có biện pháp thích hợp để tránh nuốt phải. Cần chú ý trong việc đổ bỏ dung dịch này.

5 Thiết bị, dụng cụ

Sử dụng các thiết bị, dụng cụ thông thường trong phòng thí nghiệm và các thiết bị, dụng cụ như sau:

TCVN 11403:2016

5.1 Bình tam giác, có dung tích 50; 100; 250 ml.

5.2 Bình định mức, có dung tích 50; 100; 200; 500; 1 000 ml.

5.3 Pipet, có dung tích 1; 2; 5; 10 ml có độ chính xác $\pm 0,01$ ml và $\pm 0,1$ ml.

5.4 Cân phân tích, có độ chính xác đến 0,1 mg.

5.5 Thiết bị phân hủy, có thể sử dụng bếp phân hủy dạng thông thường có hồi lưu hoặc thiết bị phân hủy bằng lò vi sóng.

5.6 Cốc chịu nhiệt, có dung tích 100; 250; 500 ml.

Lưu ý: Các dụng cụ thủy tinh phải được làm sạch trước khi sử dụng, ví dụ như ngâm trong dung dịch HNO_3 (50 ml/l) tối thiểu 6 h, sau đó rửa bằng nước cất trước khi sử dụng. Cần bảo quản riêng các dụng cụ thủy tinh dùng cho phân tích này.

5.7 Thiết bị cách thủy.

5.8 Máy phổ quang phổ hấp thụ nguyên tử, được trang bị bằng đèn cathod rỗng hoặc đèn phóng điện không cực phù hợp với nguyên tố asen hay có thể dùng đèn phổ liên tục cố biến điệu, được vận hành theo khuyến cáo của nhà sản xuất đèn và máy, thiết bị điều chỉnh nền tự động, đặc biệt hiệu chỉnh Zeeman đối với kỹ thuật đo phổ hấp thụ nguyên tử nhiệt điện và bộ phận đọc-kết quả được xử lý bằng máy tính.

5.9 Thiết bị nguyên tử hóa nhiệt điện, được trang bị hệ thống đưa mẫu tự động (phân phối mẫu) cần tương thích với máy phổ hấp thụ nguyên tử (5.8)

5.10 Hệ thống tạo hydrua, là nơi phản ứng xảy ra liên tục (hệ thống dòng chảy liên tục hay hệ thống bơm theo dòng) hoặc từng bước một (hệ thống theo mẻ). Hệ thống này phải tương thích với máy phổ hấp thụ nguyên tử (5.8). Đốt nóng cuvet thạch anh ở nhiệt độ ít nhất là $900\text{ }^\circ\text{C}$ để có thể phân ly hoàn toàn hydrua kim loại.

CẢNH BÁO – Cần phải tuân thủ nghiêm ngặt các khuyến nghị về an toàn của nhà sản xuất. Hydrua kim loại có độc tính cao, phải cẩn thận để tránh hít phải khí độc này.

CHÚ THÍCH 3: Khi sử dụng hệ thống sinh hydrua tự động, nơi phản ứng xảy ra liên tục (hệ thống dòng liên tục hoặc hệ thống bơm dòng), thì nồng độ của dung dịch natri bohydrua, thời gian phản ứng và cấu hình của bộ tách pha khí- lỏng phải được tối ưu hóa do động lực phản ứng chậm của hệ thống khử này. Có thể có những chất gây cản trở nghiêm trọng.

6 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu

6.1 Phân bón dạng rắn: Chuẩn bị mẫu theo TCVN 10683:2015 (ISO 8358:1991).

6.2 Phân bón dạng lỏng

6.2.1 Dạng dung dịch: Dung dịch phân bón phải được trộn đều trước khi lấy mẫu. Mẫu lấy ban đầu không ít hơn 50 ml. Trước khi lấy mẫu để tiến hành phân hủy, mẫu phải được lắc đều.

6.2.2 Dạng lỏng sền sệt: Trộn đều phân bón trước khi lấy mẫu. Mẫu lấy ban đầu không ít hơn 200 g. Trước khi lấy mẫu để tiến hành phân hủy, mẫu phải được trộn đều.

7 Cách tiến hành

7.1 Phân hủy mẫu thử nghiệm

7.1.1 Mẫu phân bón dạng rắn

7.1.1.1 Cân khoảng 2 g mẫu (6.1) chính xác đến 0,1 mg cho vào bình tam giác dung tích 100 ml (5.1). Thêm 15 ml dung dịch cường thủy (4.5) để qua đêm hoặc ngâm 12 h.

7.1.1.2 Đun sôi nhẹ ở 120 °C trong 60 min, tăng từ từ nhiệt độ lên khoảng 200 °C và duy trì ở nhiệt độ đó trong 180 min.

7.1.1.3 Để nguội, thêm 5 ml dung dịch axit clohydric (4.2) lắc cho tan mẫu. Chuyển toàn bộ mẫu đã phân hủy sang bình định mức dung tích 100 ml (5.2), thêm nước đến vạch mức, lắc đều. Lọc bỏ cặn trước khi thực hiện phép đo.

7.1.2 Mẫu phân bón dạng lỏng

Dùng pipet (5.3) lấy 2,00 ml mẫu (6.2.1) hoặc cân khoảng 2 g mẫu (6.2.2) có độ chính xác 0,1 mg cho vào bình tam giác dung tích 100 ml (5.1). Thêm 15 ml dung dịch cường thủy (4.5), đun sôi nhẹ trong 60 min, tiếp tục thực hiện như (7.1.1.3).

CHÚ THÍCH 4

1) Nếu sử dụng thiết bị lò vi sóng để phân hủy mẫu thì lượng mẫu, lượng axit phân hủy, nhiệt độ và thời gian phân hủy sẽ tuân thủ theo khuyến cáo của nhà sản xuất.

2) cần xác định khối lượng thể tích lấy mẫu đối với phân bón dạng dung dịch (6.2.1) để đưa vào công thức tính toán.

7.2 Mẫu trắng

Chuẩn bị hai mẫu trắng với các bước tiến hành như phân hủy mẫu thử nghiệm (7.1), nhưng không có mẫu.

7.3 Phương pháp-phổ-hấp thụ nguyên-tử tạo hydrua: Chuẩn bị dung dịch chuẩn và đo

7.3.1 Khử sơ bộ

7.3.1.1 Dùng pipet lấy 0 ml; 2,00 ml; 5,00 ml; 7,50 ml; 12,5 ml và 20,00 ml dung dịch asen chuẩn 1 mg/l (4.12) cho vào các bình định mức dung tích 50 ml và cho axit clohydric pha loãng (4.2) vào đến vạch mức. Cho 1 ml của các dung dịch trên, 2,5 ml của dung dịch dung dịch khử sơ bộ (4.8) vào các bình định mức dung tích 25 ml và trộn kỹ. Để yên ở nhiệt độ trong phòng 2 h (quá trình khử sơ bộ không xảy ra tức thì) và làm đầy bằng nước đến vạch mức trước khi phân tích. Các dung dịch này có nồng độ asen tương ứng là 0 µg/l; 1,6 µg/l; 4,0 µg/l; 6,0 µg/l, 10,0 µg/l và 16,0 µg/l.

7.3.1.2 Dùng pipet lấy 1,0 ml dung dịch mẫu trắng (7.2) và dung dịch mẫu thử nghiệm (7.1) cho vào các bình định mức dung tích 25 ml, cho thêm vào 2,5 ml axit clohydric đặc (4.1) và 2,5 ml dung dịch khử sơ bộ (4.8), trộn đều và để yên ở nhiệt độ trong phòng 60 min và làm đầy đến vạch mức bằng nước. Để yên ở nhiệt độ trong phòng 60 min tiếp theo trước khi phân tích.

7.3.2 Đo dung dịch chuẩn và dung dịch mẫu thử nghiệm bằng phổ hấp thụ nguyên tử tạo hydrua

7.3.2.1 Thiết lập các thông số đo của thiết bị theo hướng dẫn của nhà sản xuất. Đối với phương pháp phổ hấp thụ nguyên tử tạo hydrua, sử dụng hệ thống hiệu chỉnh nền là cần thiết. Lựa chọn bước sóng 193,7 nm. Cài đặt hệ thống tạo hydrua sử dụng dung dịch natri bohydrua (4.9) theo hướng dẫn của nhà sản xuất.

7.3.2.2 Khi hệ thống tạo hydrua ổn định, hiệu chuẩn hệ thống với một thể tích nhất định dung dịch chuẩn trắng và dung dịch chuẩn arsen. Sau đó đo dung dịch mẫu trắng và dung dịch mẫu thử nghiệm.

7.3.2.3 Đối với mỗi loại phân bón, cần phải xác định ít nhất một lần bằng phương pháp thêm chuẩn. Nếu kết quả phân tích theo phương pháp thêm chuẩn và phương pháp theo đường chuẩn bằng nhau, có thể áp dụng phương pháp theo đường chuẩn. Nếu kết quả phân tích khác nhau, có khả năng là có nhiễu nền thì áp dụng phương pháp thêm chuẩn.

7.3.2.4 Cần thiết phải thiết lập lại dãy dung dịch chuẩn arsen có pic hấp thụ thấp hơn so với độ hấp thụ tối đa đặc trưng cho bước sóng của arsen.

7.4 Phương pháp phổ hấp thụ nguyên tử nhiệt điện

7.4.1 Chuẩn bị dãy dung dịch chuẩn

Chuẩn bị dung dịch chuẩn tùy theo khuyến cáo của các hãng sản xuất.

Ví dụ: Dùng pipet lấy 0 ml ; 2,00 ml ; 4,00 ml và 6,00 ml dung dịch arsen chuẩn 1 mg/l (4.12) cho vào các bình định mức dung tích 100 ml, thêm dung dịch cường thủy pha loãng (4.6) và lắc đều. Các dung dịch này có nồng độ arsen tương ứng là 0 µg/l ; 20 µg/l ; 40 µg/l và 60 µg/l.

Dung dịch chuẩn được chuẩn bị trước mỗi đợt đo.

7.4.2 Tối ưu hóa các điều kiện đo

7.4.2.1 Thiết lập các điều kiện thích hợp của máy (bước sóng, khe đo, cường độ dòng đèn...), căn chỉnh bộ nguyên tử hóa nhiệt điện theo hướng dẫn của nhà sản xuất hay kinh nghiệm thực tế trong phòng thí nghiệm (có thể tham khảo bảng 1).

Bảng 1 - Khuyến nghị điều kiện hoạt động của phổ hấp thụ nguyên tử nhiệt điện

Thông số	Trị số, điều kiện
Bước sóng (nm)	193,7
Lò graphit	Ống có lớp phủ nhiệt phân
Hiệu chỉnh nền	Zeeman
Chất cải tiến thành phần mẫu	Paladit/magiê nitrat (4.7)
Nhiệt độ sấy (°C)	90/130
Nhiệt độ xử lý sơ bộ (°C)	1.150
Nhiệt độ nguyên tử hóa (°C)	2.200
Nhiệt độ làm sạch (°C)	2.500

7.4.2.2 Phải đảm bảo dung dịch mẫu trắng (7.2), dung dịch chuẩn (7.4.1) và dung dịch mẫu thử nghiệm (7.1) có nhiệt độ tương đối giống nhau bằng cách bảo quản chúng trong khoảng thời gian nhất định ở cùng một phòng.

7.4.2.3 Đặt điểm không của thiết bị và đường nền. Kiểm tra độ ổn định của điểm không và sự thiếu hụt của các nhiễu phổ trong hệ thống nguyên tử hóa bằng cách cho chạy chương trình làm nóng máy trước cài đặt để đốt mẫu trắng trong lò graphit. Cần lặp lại để đảm bảo sự ổn định của đường nền.

7.4.2.4 Kiểm tra thiết bị về hiệu ứng của bộ nhớ, đặc biệt khi chất phân tích có nồng độ cao bằng cách chạy chương trình đốt mẫu trắng giữa các lần đo. Thiết lập lại đường nền về điểm không nếu cần thiết.

Đối với phương pháp phổ hấp thụ nguyên tử nhiệt điện, việc áp dụng hiệu chỉnh nền do teri có hạn chế. Sự có mặt của nền phổ cấu trúc có thể xảy ra. Áp dụng hiệu chỉnh nền Zeeman có thể loại bỏ nhiễu này. Để tăng tỷ lệ tín hiệu chất phân tích và nền, nên sử dụng ống graphit có lớp phủ nhiệt phân cùng với chất cải tiến thành phần Paladit/magiê nitrat (4.7).

7.4.3 Đo dung dịch tiêu chuẩn

Sử dụng thiết bị lấy mẫu tự động (5.9) bơm một thể tích nhất định dung dịch cải tiến (4.7) và dung dịch chuẩn (7.4.1). Nguyên tử hóa các dung dịch chuẩn ít nhất hai lần, lấy giá trị trung bình của các số đọc. Đồ thị được lập với nồng độ theo $\mu\text{g/l}$ của các dung dịch chuẩn (7.4.1) trên trục hoành và những giá trị hấp thụ tương ứng trên trục tung.

7.4.4 Đo dung dịch mẫu thử nghiệm

7.4.4.1 Đo dung dịch mẫu trắng

Sử dụng thiết bị lấy mẫu tự động (5.9) bơm một thể tích nhất định dung dịch cải tiến (4.7) và dung dịch mẫu trắng (7.2). Ghi số đọc trên máy (P_0).

7.4.4.2 Đo dung dịch mẫu thử nghiệm

Sử dụng thiết bị lấy mẫu tự động (5.9) bơm một thể tích nhất định dung dịch cải tiến (4.7) và dung dịch mẫu thử nghiệm (7.1). Ghi số đọc trên máy (P_1).

CHỮ THÍCH 5

- 1) Thể tích bơm dung dịch mẫu và dung dịch cải tiến ở mục 7.4.3 và 7.4.4 theo hướng dẫn của nhà sản xuất.
- 2) Nguyên tử hóa các dung dịch mẫu chuẩn (7.4.3), dung dịch mẫu thử nghiệm (7.4.4) ít nhất 2 lần, nếu độ lặp lại chấp nhận được, lấy giá trị trung bình của các số đọc.
- 3) Nếu nồng độ dung dịch mẫu thử nghiệm vượt quá giá trị cao nhất của dãy dung dịch chuẩn, cần phải pha loãng dung dịch mẫu thử nghiệm. Nếu nồng độ của dung dịch mẫu thử nhỏ hơn giới hạn xác định của máy thì cần thiết phải xử lý mẫu bằng phương pháp thêm chuẩn.

8 Dụng cụ chuẩn

Phần mềm của các máy hiện đại tự động vẽ đường chuẩn biểu thị nồng độ của asen trong dung dịch chuẩn (đã trừ đi giá trị của dung dịch chuẩn trắng), bằng đơn vị mg/l trên trục hoành và giá trị của độ cao pic (hay diện tích pic) trên trục tung. Có thể sử dụng phần mềm khác hoặc tính bằng tay.

9 Tính kết quả

Bằng cách dựa trên đồ thị chuẩn, phần mềm tự động tính nồng độ của asen trong dung dịch tương ứng với độ hấp thụ của mẫu thử nghiệm và mẫu thử trắng.

9.1 Hàm lượng asen ($W_{As(tp)}$) tính bằng mg/kg trong phân bón thương phẩm, theo công thức:

$$W_{As(tp)} = \frac{(P_1 - P_0) \times f \times V}{m \times 1000} \quad (1)$$

Trong đó

W hàm lượng asen trong mẫu, tính bằng mg/kg chất khô;

P_1 hàm lượng asen trong dung dịch mẫu, tính bằng $\mu\text{g/l}$;

P_0 hàm lượng asen trong mẫu trắng, $\mu\text{g/l}$;

f hệ số pha loãng của mẫu thử nghiệm;

V thể tích dung dịch mẫu sau phân hủy (7.1.1.3), tính bằng ml (bằng 100 ml như hướng dẫn trong tiêu chuẩn này);

m khối lượng mẫu thử, tính bằng g;

1000 hệ số chuyển đổi từ μg sang mg.

CHÚ THÍCH 6: Hàm lượng asen trong phân bón dung dịch có thể tính bằng mg/l theo công thức (1) nếu đơn vị m là ml.

9.2 Hàm lượng asen ($W_{As(kk)}$) tính bằng mg/kg của phân bón khô kiệt, theo công thức:

$$W_{As(kk)} = W_{As(tp)} \times k \quad (2)$$

Trong đó

k là hệ số khô kiệt của mẫu (theo TCVN 9297:2012).

9.3 Kết quả phép thử là giá trị trung bình các kết quả của ít nhất hai lần thử được tiến hành song song. Nếu sai lệch giữa các lần thử lớn hơn 15 % so với giá trị trung bình của phép thử thì phải tiến hành lại.

10 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm cần bao gồm những thông tin sau:

- a) Viện dẫn tiêu chuẩn này;
- b) Đặc điểm nhận dạng mẫu;
- c) Kết quả thử nghiệm;
- d) Mọi thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này hoặc được coi là tùy chọn và các yếu tố có thể ảnh hưởng đến kết quả thử nghiệm;
- e) Ngày thử nghiệm.

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] ISO 20280:2007(E) Soil quality - Determination of arsenic, antimony and selenium in aqua regia soil extracts with electrothermal or hydride-generation atomic absorption spectrometry.
-