

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

SOÁT XÉT 1: 2016 TCVN 9486:2013

PHÂN BÓN - PHƯƠNG PHÁP LẤY MẪU

Fertilizers - Methods for sampling

HÀ NỘI 2016

Lời nói đầu

TCVN 9486:2013 được chuyển đổi từ 10TCN 301-2005 theo quy định tại khoản 1 Điều 69 của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật và điểm a khoản 1 Điều 7 Nghị định số 127/2007/NĐ-CP ngày 1/8/2007 của Chính phủ quy định chi tiết thi hành một số điều của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật.

TCVN 9486:2013 sửa đổi, bổ sung do Trung tâm Khảo kiểm nghiệm phân bón Quốc gia 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 – Phương pháp lấy mẫu

Fertilizers - Methods for sampling

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp lấy mẫu phân bón ở dạng rắn và dạng lỏng.

Tiêu chuẩn này không áp dụng cho lấy mẫu phân tích đối với chỉ tiêu vi sinh vật.

2 Thuật ngữ, định nghĩa

Trong tiêu chuẩn này áp dụng một số thuật ngữ, định nghĩa sau.

2.1 Lô phân bón (lot)

Lượng phân bón của cùng một đơn vị được sản xuất hoặc nhập khẩu cùng một thời gian, có cùng một mức chất lượng, cùng một loại bao bì, giao nhận cùng một lúc, cùng một giấy chứng nhận chất lượng và khối lượng không lớn hơn 500 tấn.

2.2 Đơn vị bao gói (packaged unit)

Đơn vị đóng gói nhỏ nhất trong một lô hàng.

2.3 Mẫu ban đầu (single sample)

Mẫu ban đầu: Mẫu lấy trên một đơn vị bao gói hay một vị trí của sản phẩm đóng bao gói hoặc để rời, thuộc phạm vi một lô phân bón (2.1).

2.4 Mẫu chung (bulk sample)

Lượng phân bón thu được bằng cách gộp lại và trộn đều các mẫu ban đầu (2.3) thuộc phạm vi một lô phân bón đã xác định (2.1).

2.5 Mẫu thử nghiệm (laboratory sample)

Lượng phân bón được lấy từ mẫu chung (2.3), đưa đến phòng thí nghiệm để phân tích.

3 Yêu cầu chung

3.1 Việc lấy mẫu phải được thực hiện bởi người lấy mẫu phải có chứng chỉ đào tạo và có đại diện của bên được lấy mẫu. Khi cần thiết có sự giám sát của bên thứ ba.

3.2 Mẫu được lấy phải đại diện cho cả lô phân bón.

3.3 Không lấy mẫu ở các bao gói bị rách, bị ướt, bị biến dạng. Trong quá trình lấy mẫu và vận chuyển mẫu, phải đảm bảo tránh bị tác động của các tác nhân từ bên ngoài, giữ mẫu được nguyên trạng như lúc ban đầu cho tới khi đem đến phòng thí nghiệm.

4 Dụng cụ lấy mẫu, đựng mẫu

4.1 Các dụng cụ lấy mẫu, chia mẫu, đựng mẫu thông dụng (xem tại Phụ lục A)

4.1.1 Ống xăm

Ống xăm là ống hình trụ có các kích cỡ khác nhau tùy thuộc vào kích thước đơn vị bao gói của lô phân bón, dùng để lấy các loại phân bón dạng rắn (hạt, viên, bột) được đựng trong bao hoặc trong trống... Ống xăm phải có độ dài đủ để xuyên hết đường kính bao phân bón hoặc độ sâu của trống sản phẩm. Đường kính rãnh ống xăm ít nhất phải lớn hơn 3 lần đường kính hạt hoặc viên sản phẩm. Ống lấy mẫu làm bằng hợp kim không gỉ như inox, composit ...

4.1.2 Dụng cụ lấy mẫu lồng

Dụng cụ lấy mẫu lồng sử dụng khi tiến hành lấy mẫu ở những lô phân bón dạng lồng chưa đóng chai hoặc trong téc, thùng phuy ...

+ Lọ lấy mẫu có dung tích 500 mL. Lọ có miếng gang nặng 700g để khi thả lọ lấy mẫu tự chìm xuống theo chiều dọc của thùng đựng phân bón.

+ Dụng cụ lấy mẫu hình trụ tròn có dung tích 500ml, phần trên có ống thông khí, đồng thời là tay cầm để ấn xuống theo chiều dọc của thùng đựng phân bón.

+ Dụng cụ lấy mẫu hình trụ dài có dung tích 400ml, sử dụng pittông để hút mẫu, dùng cho những thùng đựng phân bón có miệng thùng nhỏ (khi không dùng được lọ lấy mẫu và lấy mẫu hình trụ tròn).

Dụng cụ lấy mẫu lồng thường có chất liệu bằng thủy tinh, composit, hợp kim không gỉ...

4.1.3 Dụng cụ chia mẫu

Xẻng, dụng cụ chia mẫu cơ học hoặc dụng cụ chia mẫu ngẫu nhiên loại tự động.

4.1.4 Dụng cụ đựng mẫu

4.1.4.1 Đối với các loại phân bón dạng rắn: đựng mẫu trong bao bì làm bằng nylon, giấy chống ẩm...

4.1.4.2 Đối với phân bón dạng lỏng: đựng mẫu trong chai nhựa, chai thủy tinh...

4.2 Dụng cụ đựng mẫu

Dụng cụ đựng mẫu phân bón nên sử dụng những loại dụng cụ sạch, khô và trung tính để không làm thay đổi tính chất của mẫu phân bón. Dụng cụ đựng mẫu có thể là túi nilon, hộp nhựa, chai nhựa, chai thủy tinh...có nắp đậy kín.

4.2.1 Dụng cụ đựng mẫu đối với phân bón dạng rắn và bột:

+ Sử dụng túi nilong, chai nhựa, hộp nhựa có nắp đậy kín.

+ Mẫu phân bón nên bao gói bằng túi nilon loại bỏ hết không khí ra ngoài, buộc chặt. Nếu sử dụng chai nhựa, hộp nhựa thì phải cho mẫu phân bón đến miệng chai nhựa, hộp nhựa, không để có khoảng trống ở trên, đậy nắp thật kín.

4.2.2 Dụng cụ đựng mẫu đối với phân bón dạng lỏng:

+ Những mẫu phân bón có tính chất kiềm thì nên đựng trong chai nhựa.

+ Những mẫu phân bón có tính chất axit thì nên đựng trong chai thủy tinh, hoặc chai nhựa chịu được axit.

+ Những mẫu phân bón trong thành phần có: natri, kali, bo, silic...thì không nên đựng trong chai lọ thủy tinh mà nên dùng chai lọ bằng nhựa.

5. Phương pháp lấy mẫu

5.1 Xác định số mẫu ban đầu tối thiểu

5.1.1 Đối với lô phân bón dạng rắn

5.1.1.1 Trường hợp phân bón được chứa trong bao gói có khối lượng không vượt quá 50 kg: Số bao gói cần lấy được tính theo công thức:

$$A = 3 \times \sqrt[3]{N}$$

trong đó N là tổng số bao gói trong một lô phân bón và được phân nhóm theo qui định ở Bảng 1. Mỗi bao gói được lấy một mẫu ban đầu.

Bảng 1 - Số bao phân bón cần lấy

Tổng số bao gói trong một lô phân bón (N)	Số bao gói được lấy mẫu	Tổng số bao gói trong một lô phân bón (N)	Số bao gói được lấy mẫu
1 - 10	Lấy từng bao	182 - 216	18
11 - 49	11	217 - 254	19
50 - 64	12	254 - 296	20
65 - 81	13	297 - 343	21
82 - 101	14	344 - 394	22
102 - 125	15	394 - 450	23
126 - 151	16	451 - 512	24
152 - 181	17		

5.1.1.2 Trường hợp phân bón được chứa trong các đơn vị bao gói và xếp trong các bao, thùng hoặc hộp carton: áp dụng qui trình lấy mẫu các bao gói theo quy định tại 5.1.1.1 để xác định số lượng bao, thùng hoặc hộp carton được lấy. Nếu tổng số bao, thùng hoặc hộp carton của lô phân bón không vượt quá 1000 thì mỗi bao, thùng, hộp carton được lấy mẫu chỉ lấy ra một đơn vị bao gói làm mẫu ban đầu.

5.1.1.3 Trường hợp phân bón để rời

Số mẫu ban đầu tối thiểu của lô phân bón được lấy tính theo công thức:

$$A = \frac{\sqrt{M}}{2} \text{ [làm tròn về số nguyên]}$$

trong đó

A Số mẫu ban đầu cần lấy;

M Khối lượng của lô phân bón, tính bằng tấn.

Xem ví dụ ở Bảng 2.

Trường hợp nếu cần nhiều số mẫu ban đầu hơn để có được mẫu trung bình của lô phân bón, thì phải lấy nhiều hơn. Các mẫu ban đầu phải được lấy ngẫu nhiên từ các vị trí khác nhau trong lô phân bón.

Bảng 2 - Số mẫu ban đầu đối với lô phân bón dạng rắn để rời

Khối lượng (Tấn)	Căn bậc hai	Số lượng mẫu ban đầu
100	10	5
200	14.2	7
300	17.3	9
400	20	10
500	22.4	12

5.1.2 Đối với lô phân bón dạng lỏng

5.1.2.1 Trường hợp phân bón được chứa trong thùng, can, phuy có khối lượng không vượt quá 50 L hoặc 50 kg: Áp dụng như 5.1.1.1.

5.1.2.2 Trường hợp phân bón được chứa trong đơn vị bao gói (chai, bao tráng kẽm...) và được chứa trong thùng hoặc hộp carton: Áp dụng như 5.1.1.2.

5.1.2.3 Trường hợp phân bón được chứa ở thùng, phuy có khối lượng lớn hơn 50 L

Số mẫu ban đầu được lấy tính theo công thức:

$$A = \frac{\sqrt{V}}{2} \text{ [làm tròn về số nguyên]}$$

trong đó

A số mẫu ban đầu cần lấy;

V Thể tích dung dịch của thùng phân bón, tính bằng mét khối.

Xem ví dụ Bảng 3.

Bảng 3 - Số mẫu ban đầu đối với lô phân bón dạng lỏng

Thể tích lô phân bón, m ³	Căn bậc hai	Số lượng mẫu ban đầu
100	10	5
200	14.2	7
300	17.3	9
400	20	10
500	22.4	12

5.2 Xác định vị trí lấy mẫu ban đầu

5.2.1 Phân bón chứa trong bao, thùng, hộp carton: Các mẫu ban đầu được lấy phân bố ngẫu nhiên ở các vị trí trên, giữa, dưới, trong và ngoài của lô phân bón.

5.2.2 Phân bón đổ rời: San phẳng bề mặt đồng, lấy các mẫu ban đầu theo phương thẳng đứng tại 3 vị trí ở giữa và 4 góc, ở khắp độ sâu của đồng phân bón.

5.2.3 Phân bón lỏng chứa trong can, thùng phuy: Mẫu ban đầu phải được lấy dọc theo chiều sâu của thùng phân bón, lấy ở ba vị trí giữa và xung quanh của thùng.

5.2.4 Vị trí lấy mẫu ban đầu phụ thuộc vào diện tích, hình dạng lô phân bón, xem tại Phụ lục B.

5.3 Xác định cỡ mẫu thử nghiệm tối thiểu

+ Trong trường hợp mẫu có khối lượng bao gói <500g (500ml) cỡ mẫu thử nghiệm tối thiểu không nhỏ hơn 100g hoặc 100 mL

+ Trong trường hợp mẫu có khối lượng bao gói từ 500g (500ml) đến 50 kg (50lit) cỡ mẫu thử nghiệm tối thiểu không nhỏ hơn 500 g hoặc 500 mL.

(Tham khảo theo mục 3.1.4 của IS 6092 part 1-1985)

5.4 Xác định cỡ mẫu ban đầu tối thiểu

Khối lượng mỗi mẫu ban đầu tối thiểu tùy thuộc vào cỡ mẫu thử nghiệm tối thiểu, số mẫu ban đầu cần lấy và số lần giản lược được tính theo công thức:

$$m = \frac{a}{A} \times 2^k \times 3$$

trong đó

m là cỡ mẫu ban đầu tối thiểu cần lấy (đơn vị gam hoặc mililit);

a: là cỡ mẫu thử nghiệm tối thiểu (đơn vị gam hoặc mililit);

A : là số mẫu ban đầu cần lấy;

k là số lần giản lược mẫu;

3 là hệ số (trong trường hợp mẫu chung được chia làm 3 mẫu gồm mẫu thử nghiệm, mẫu lưu tại cơ sở và mẫu người lấy mẫu hoặc cơ quan quản lý lưu).

CHÚ THÍCH 1: Khối lượng mẫu ban đầu tối thiểu không được nhỏ hơn 100 g đối với dạng rắn và không nhỏ hơn 100 mL đối với dạng lỏng (trường hợp đơn vị bao gói có khối lượng sản phẩm nhỏ hơn 100 g hoặc 100 mL thì lấy nguyên bao gói sản phẩm làm mẫu ban đầu).

5.5 Xác định mẫu chung

Được gộp, trộn hoặc lắc đều tất cả các mẫu ban đầu của một lô phân bón.

5.6 Xác định mẫu thử nghiệm

5.6.1 Đối với phân bón dạng rắn: Trộn đều mẫu chung, dàn thành lớp phẳng, chia chéo thành bốn phần, lấy hai phần đối diện, làm nhiều lần đến khi mẫu trung bình có khoảng trên 1,5 kg (xem tại Phụ lục C), mẫu trung bình chia đều làm ba phần, cho mỗi phần vào một túi đựng mẫu, buộc kín ghi nhãn mác, mã số và niêm phong. Một túi lưu tại cơ sở lấy mẫu, một túi người lấy mẫu hoặc cơ quan quản lý lưu, một túi chuyển đến phòng thử nghiệm.

5.6.2 Đối với phân bón dạng lỏng: mẫu chung được lắc đều, lấy khoảng 1,5 L, chia làm ba phần cho vào ba bình đựng mẫu, đậy kín, ghi nhãn mác, mã số và niêm phong. Một bình làm mẫu lưu tại cơ sở lấy mẫu, một bình người lấy mẫu lưu lại, một bình chuyển đến phòng thử nghiệm.

CHÚ THÍCH 2: Trường hợp mẫu ban đầu là các đơn vị bao gói có khối lượng sản phẩm nhỏ hơn 100 g hoặc 100 mL thì lấy ngẫu nhiên số lượng đơn vị bao gói bảo đảm đủ khối lượng mẫu thử nghiệm theo quy định tại 5.3.

6 Bao gói, ghi nhãn, biên bản lấy mẫu, biên bản bàn giao mẫu và bảo quản mẫu

6.1 Bao gói mẫu

Mẫu thử nghiệm phải được đựng trong bao gói phù hợp, không được làm sai lệch kết quả của phép thử nghiệm.

Mẫu dùng để xác định độ ẩm hoặc các thử nghiệm khác cần tránh sự hao hụt của các chất bay hơi, phải được đựng trong bao gói cách ẩm và được bảo quản trong điều kiện thích hợp, chống hao hụt do bay hơi.

Bao gói đựng mẫu và các dụng cụ chứa mẫu khác phải được người lấy mẫu đóng dấu hoặc dùng ký hiệu niêm phong.

6.2 Nhãn của mẫu

Thông tin viết trên nhãn hoặc viết trực tiếp trên bao đựng mẫu phải không tẩy xóa được; dấu sử dụng không được thổi nhiễm vào mẫu và làm thay đổi bản chất của mẫu.

Thông tin trên nhãn phải được ghi đầy đủ các nội dung bắt buộc sau: Mã số mẫu, tên cơ sở lấy mẫu, tên phân bón, số hiệu lô hàng, ngày tháng năm sản xuất, địa điểm lấy mẫu và ngày tháng năm lấy mẫu, họ tên và chữ ký người lấy mẫu.

6.3 Biên bản lấy mẫu phân bón (xem tại Phụ lục D)

6.4 Biên bản bàn giao nhận mẫu phân bón (xem tại Phụ lục E)

6.5 Bảo quản mẫu

Không được làm thay đổi thành phần và hàm lượng các chất cần phân tích trong quá trình lấy mẫu, vận chuyển, bảo quản và lưu giữ mẫu.

Bảo quản, lưu giữ mẫu ở nơi khô, thoáng, mát và sạch sẽ.

Thời gian, nhiệt độ bảo quản lưu giữ mẫu tùy thuộc loại mẫu và yêu cầu phân tích chất lượng.

Nhãn mác ghi trên bao túi đựng mẫu không được phai mờ trong quá trình vận chuyển cũng như trong thời gian bảo quản, lưu giữ mẫu.

7 Báo cáo lấy mẫu

Báo cáo lấy mẫu bao gồm những thông tin sau:

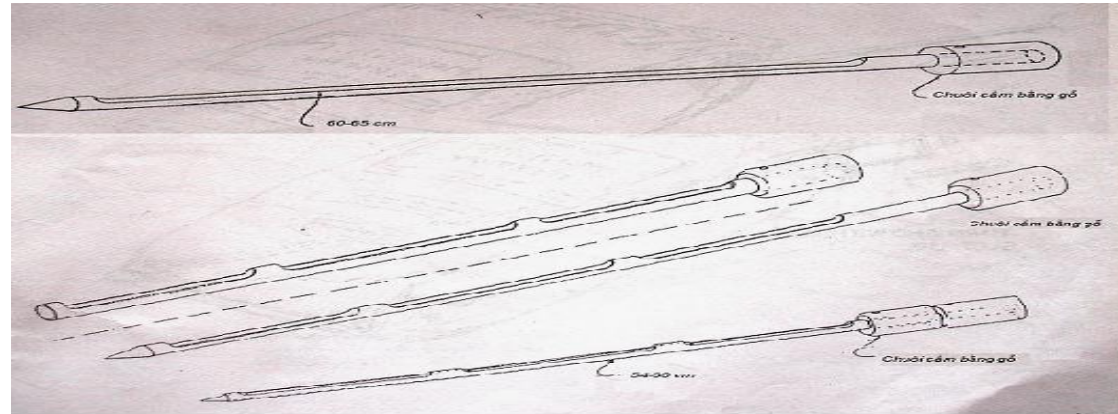
- a) Viện dẫn tiêu chuẩn này
- b) Đặc điểm nhận dạng mẫu
- c) Mọi thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này, hoặc được coi là tùy chọn và các yếu tố có thể ảnh hưởng đến kết quả thử nghiệm.

Phụ lục A

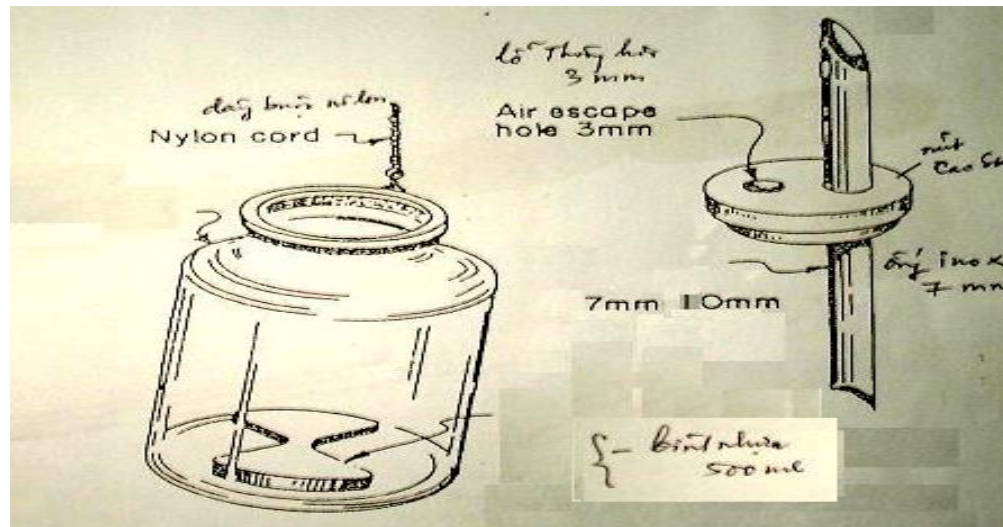
(Tham khảo)

Một số hình ảnh dụng cụ lấy mẫu

A.1 Ống xăm mẫu phân bón

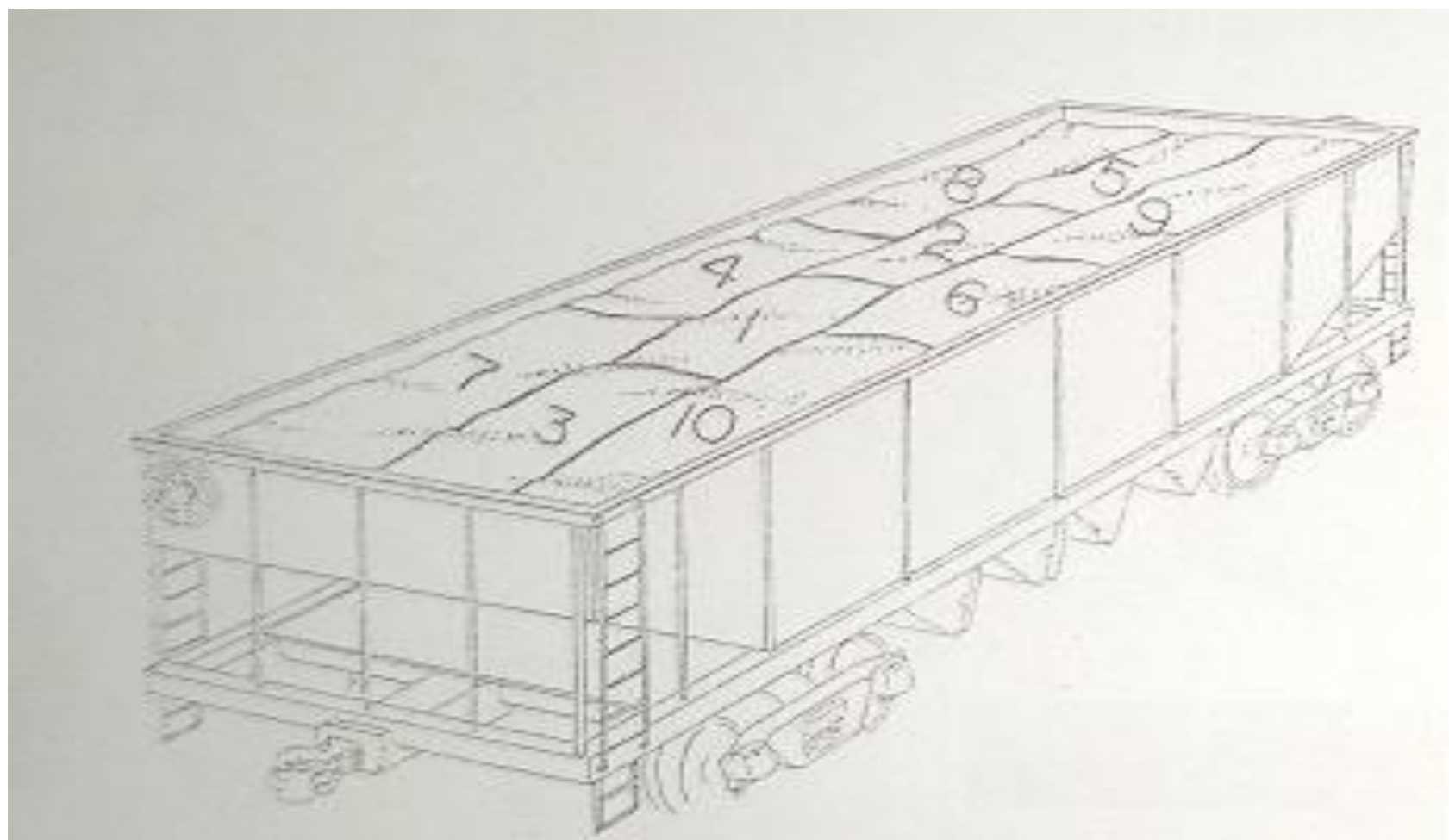


A.2 Lọ lấy mẫu phân bón lỏng (Lọ missouri)

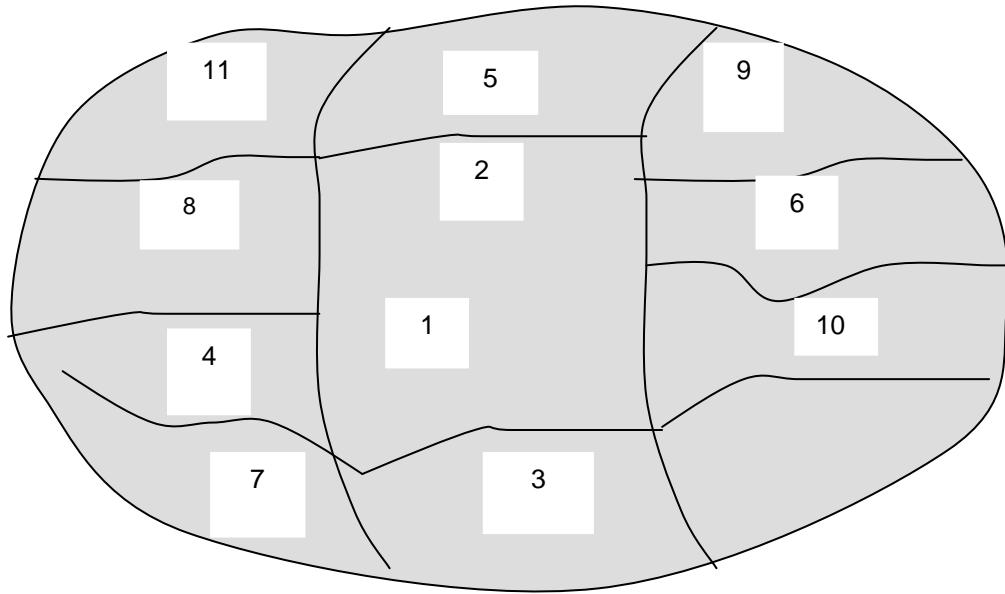


Phụ lục B
(Tham khảo)
Vị trí lấy mẫu phân bón

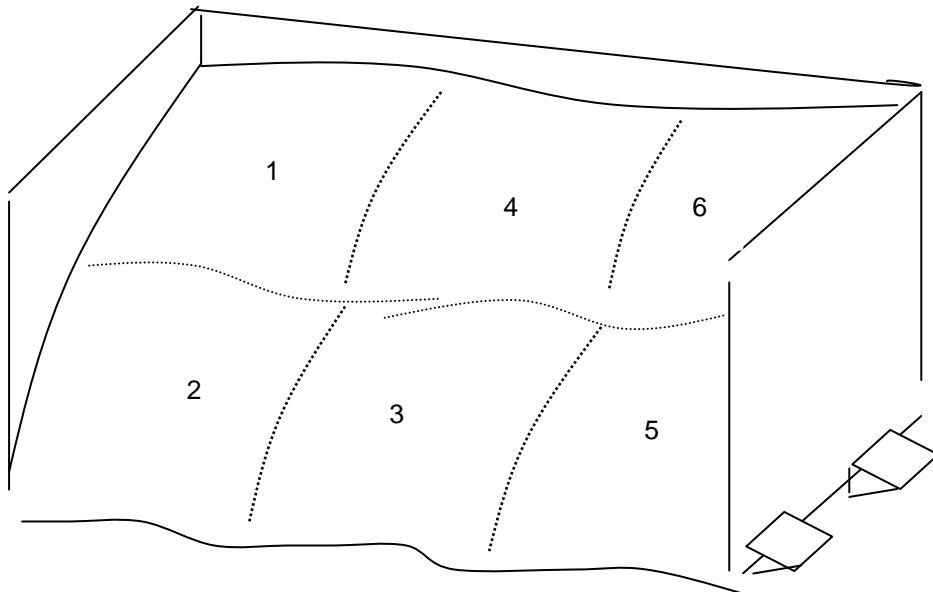
B.1 Chọn vị trí lấy mẫu trong toa xe



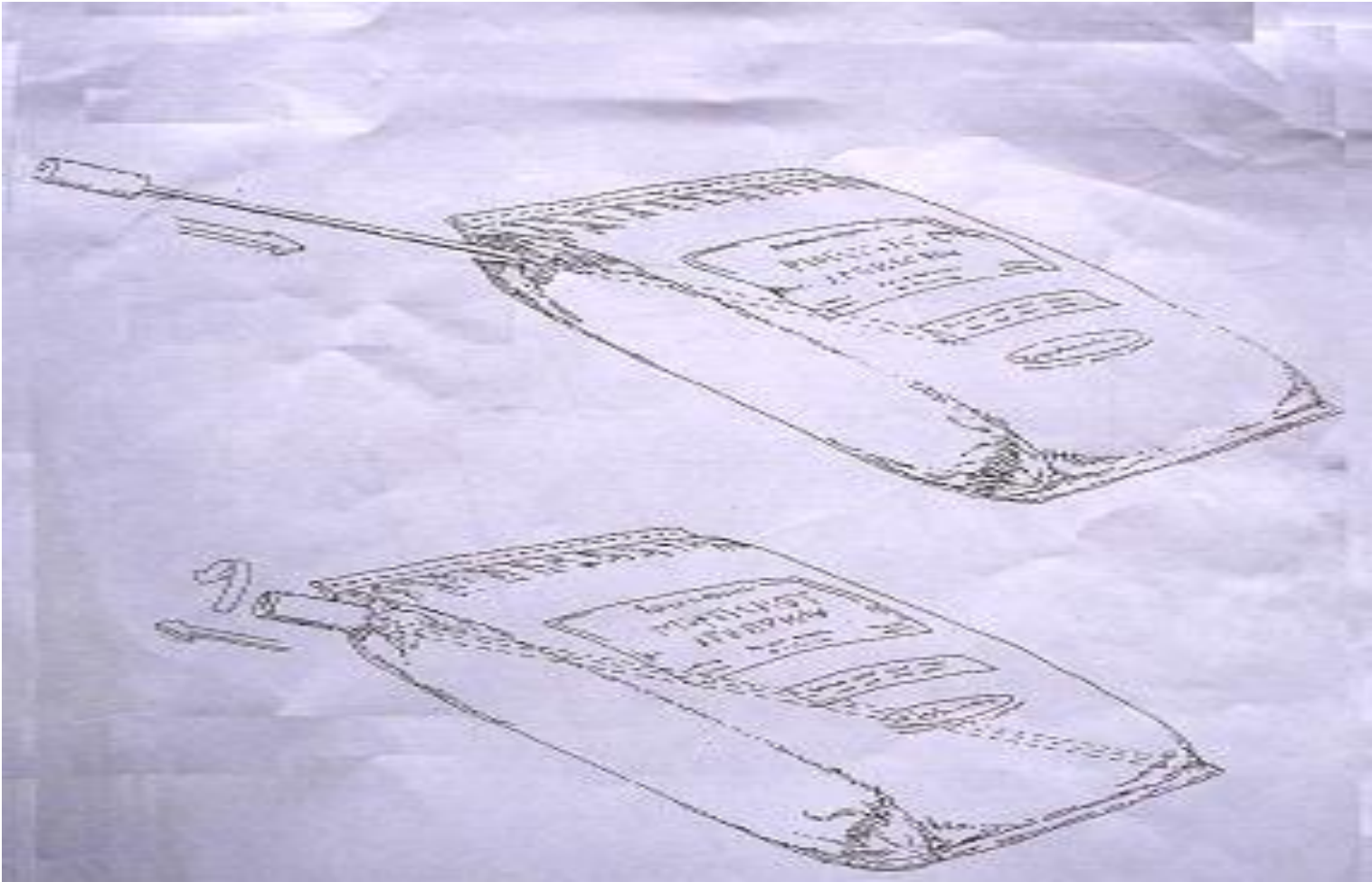
B.2 Chọn vị trí lấy mẫu trong đồng ủ



B.3 Chọn vị trí lấy mẫu trong bể ủ

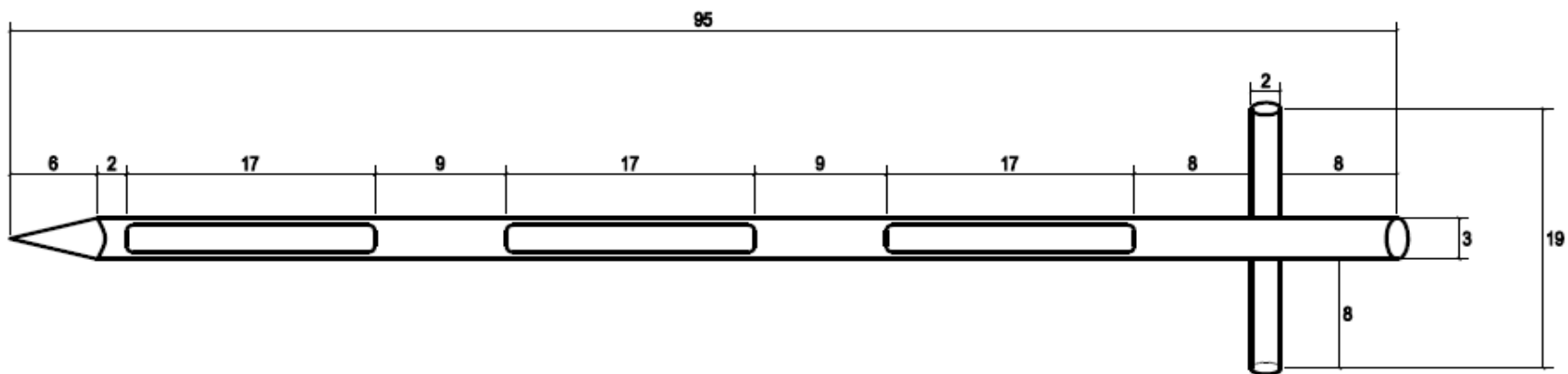


B.4 Chọn vị trí lấy mẫu trong bao đựng phân bón

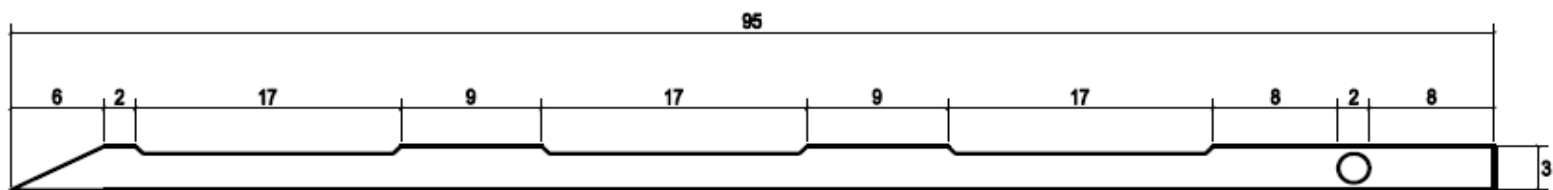


B.5 Hình vẽ và kích thước cụ thể của dụng cụ lấy mẫu (Tham khảo)

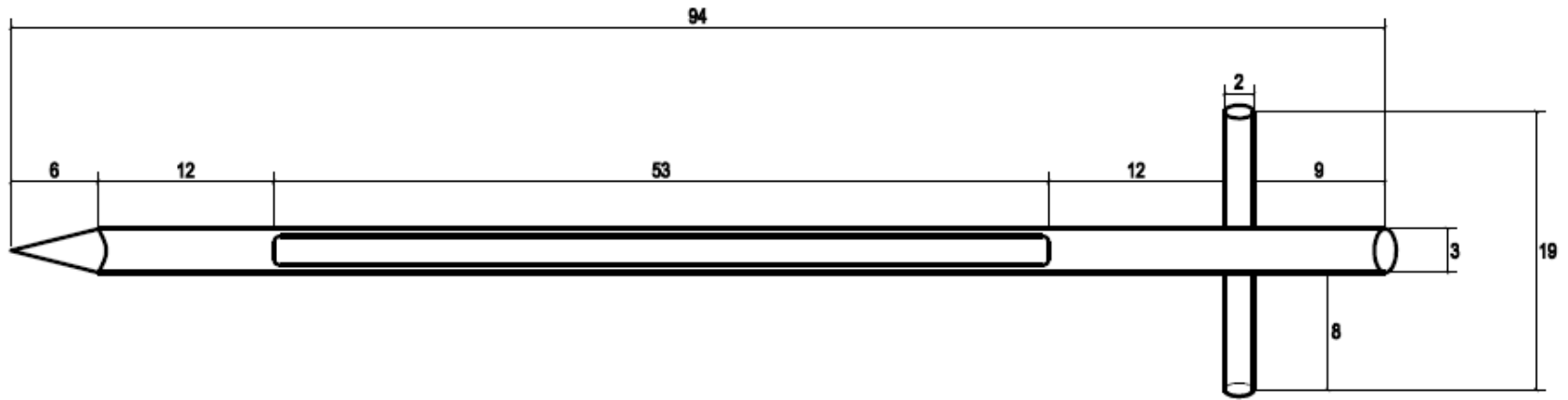
Tùy theo kích thước bao phân bốn thực tế, có thể thay đổi kích thước xiên cho phù hợp



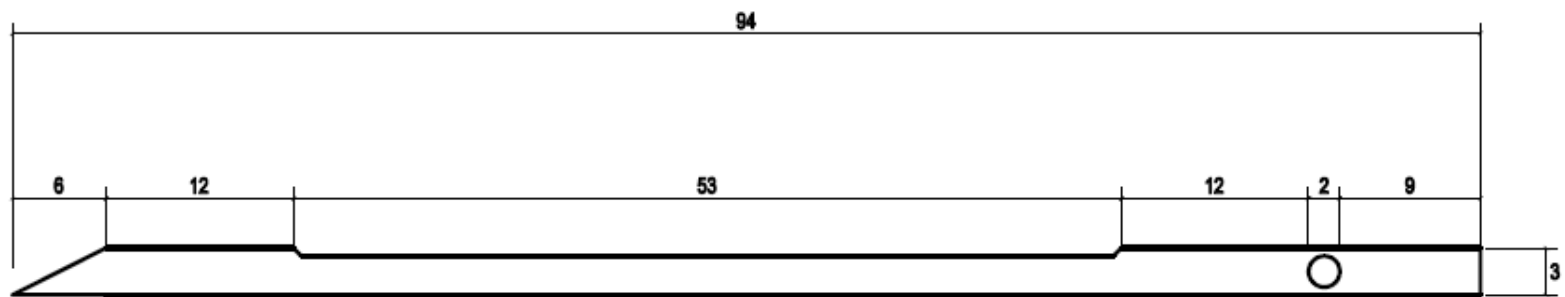
XIÊN 3 ĐIỂM (BAO 50 KG)



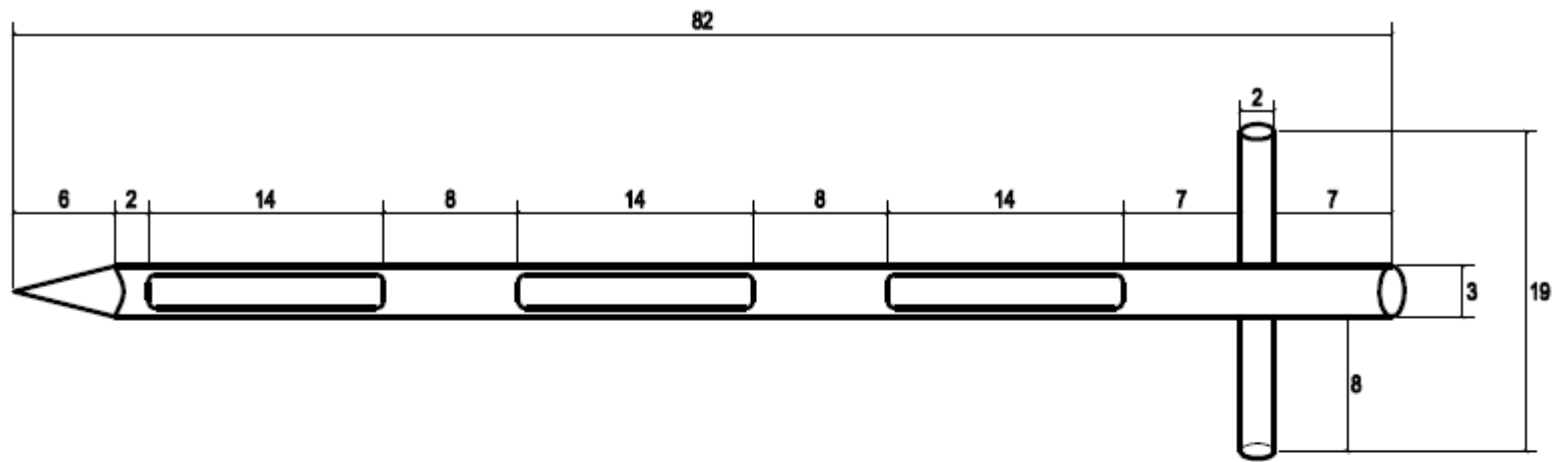
MẶT CẮT DỌC



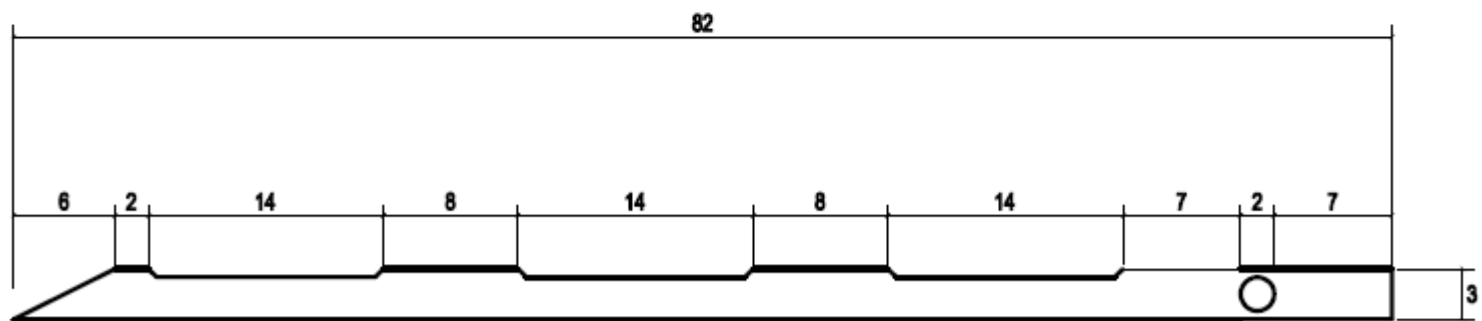
XIÊN 1 ĐIỂM (BAO 50 KG)



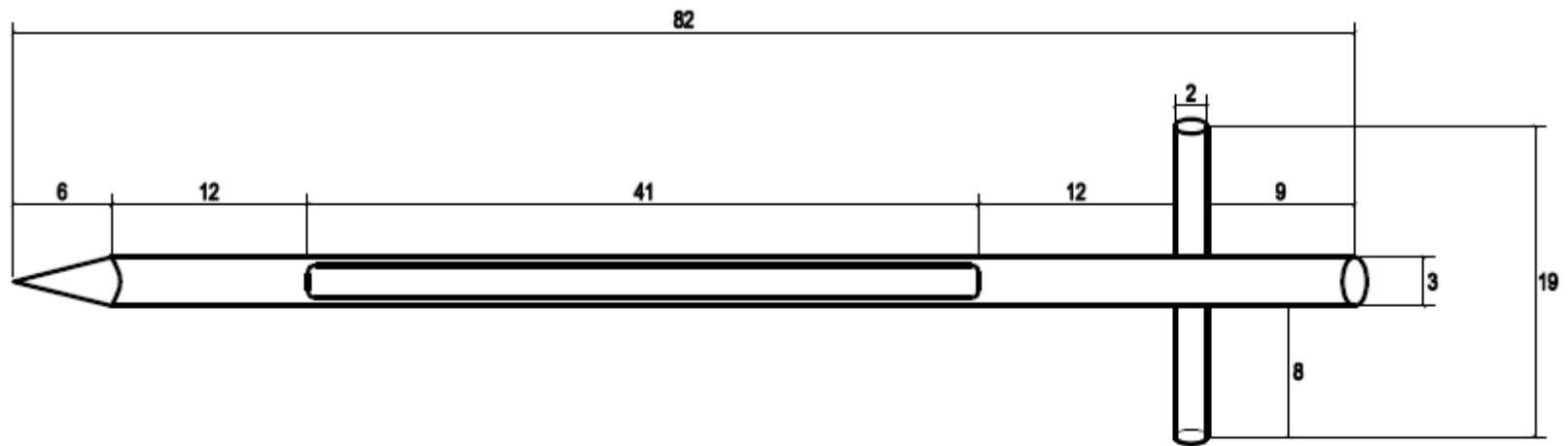
MẶT CẮT DỌC



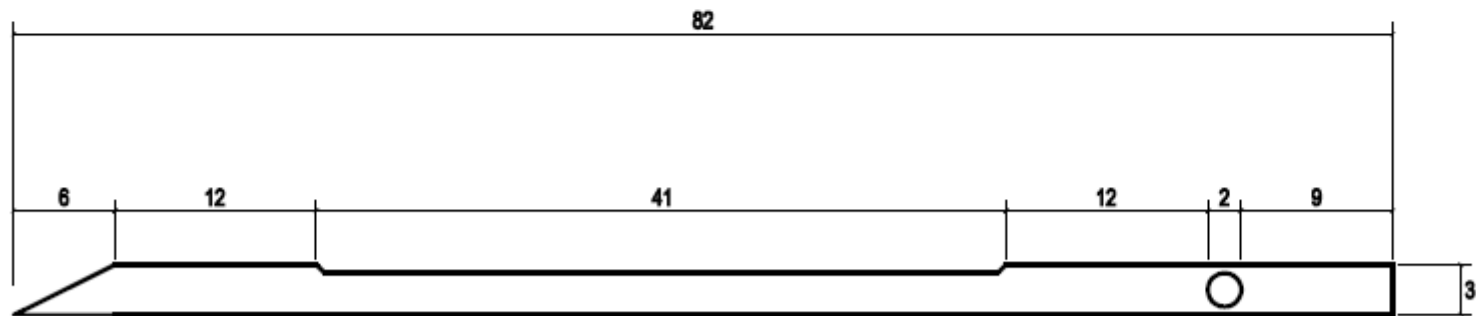
XIÊN 3 ĐIỂM (BAO 25 KG)



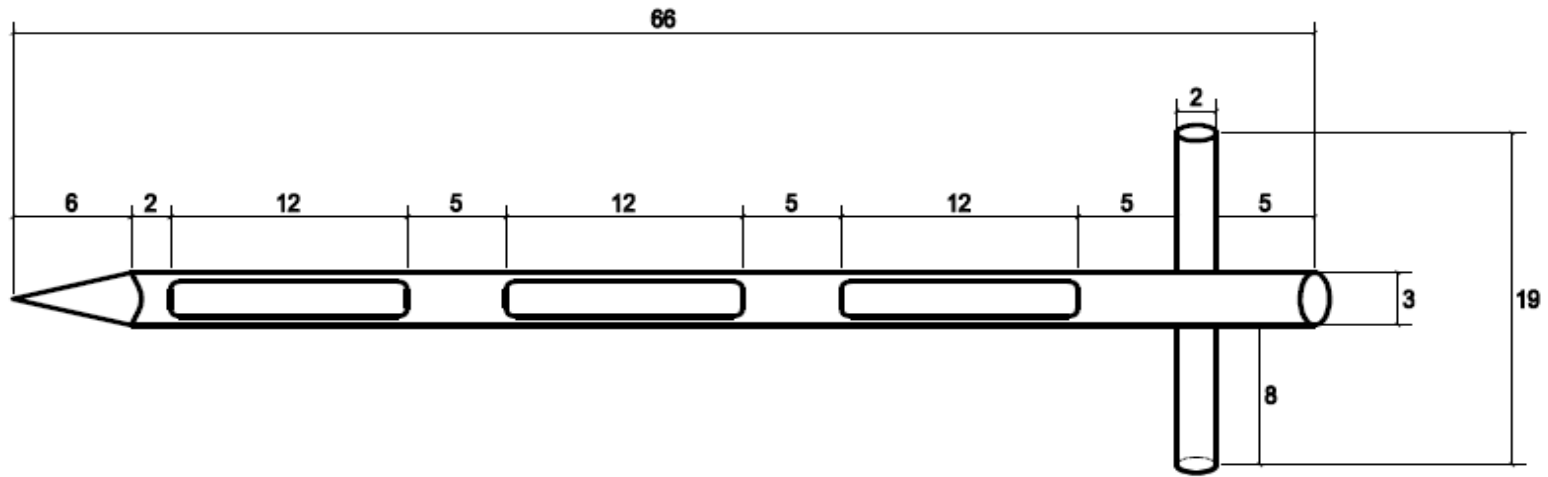
MẶT CẮT DỌC



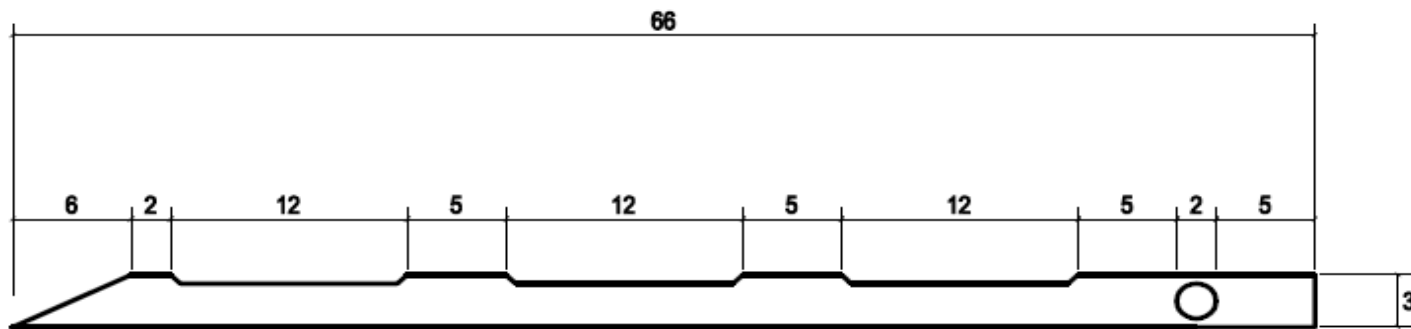
XIÊN 1 ĐIỂM (BAO 25 KG)



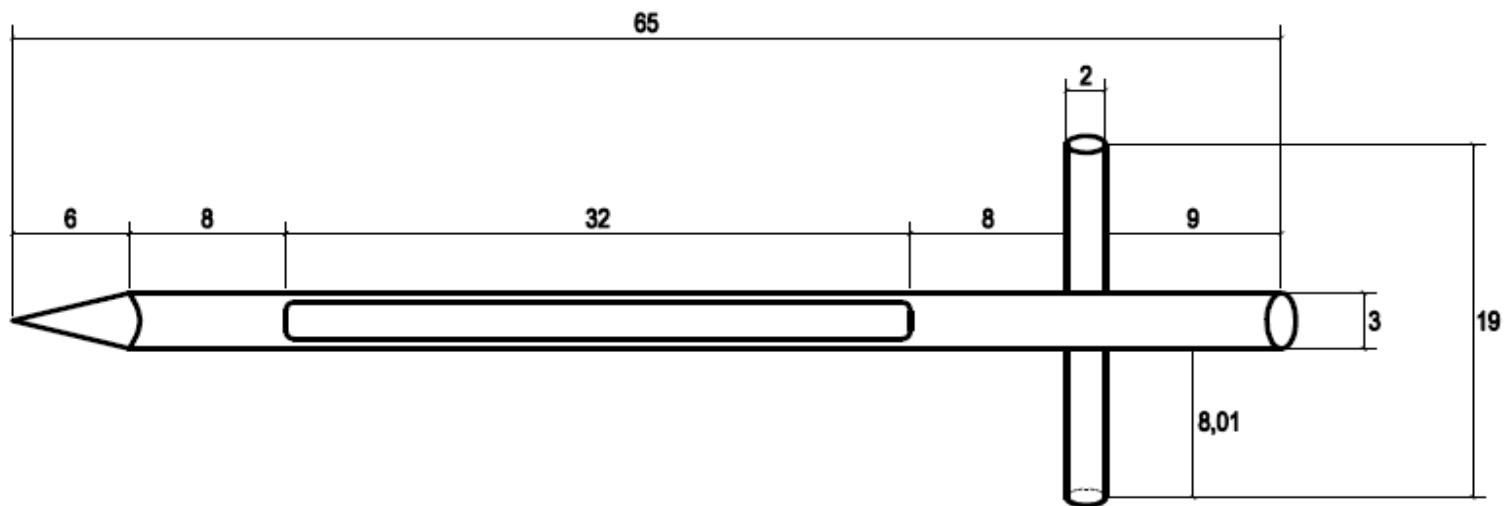
MẶT CẮT DỌC



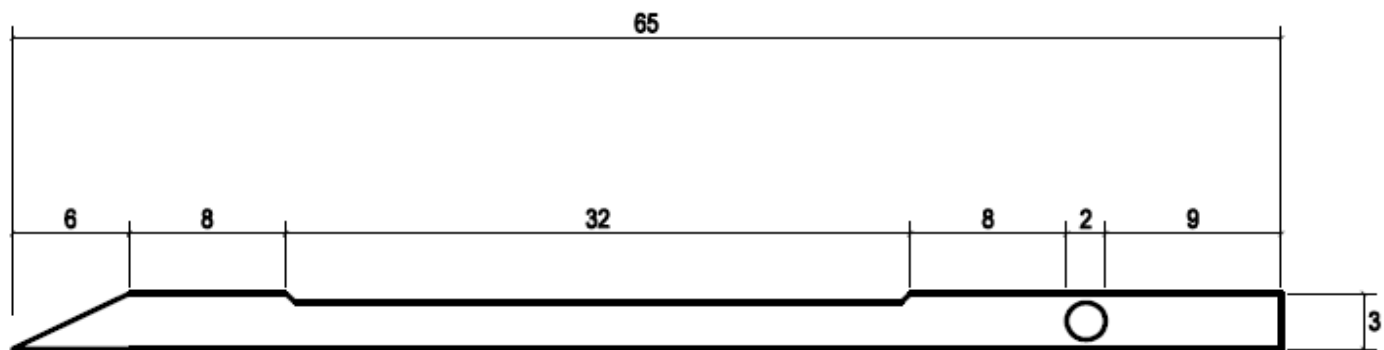
XIÊN 3 ĐIỂM (BAO 10 KG)



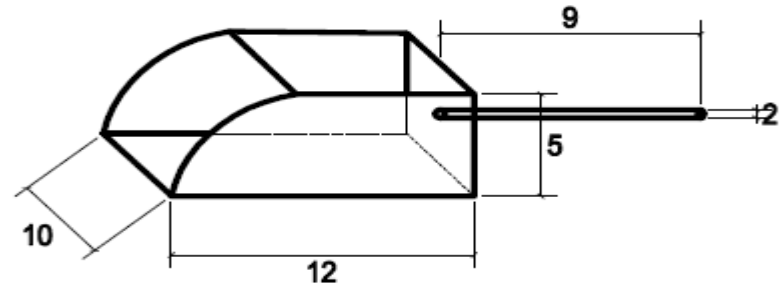
MẶT CẮT DỌC



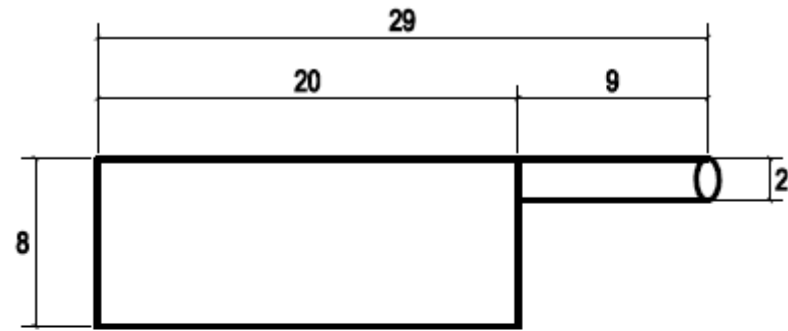
XIÊN 1 ĐIỂM (BAO 10 KG)



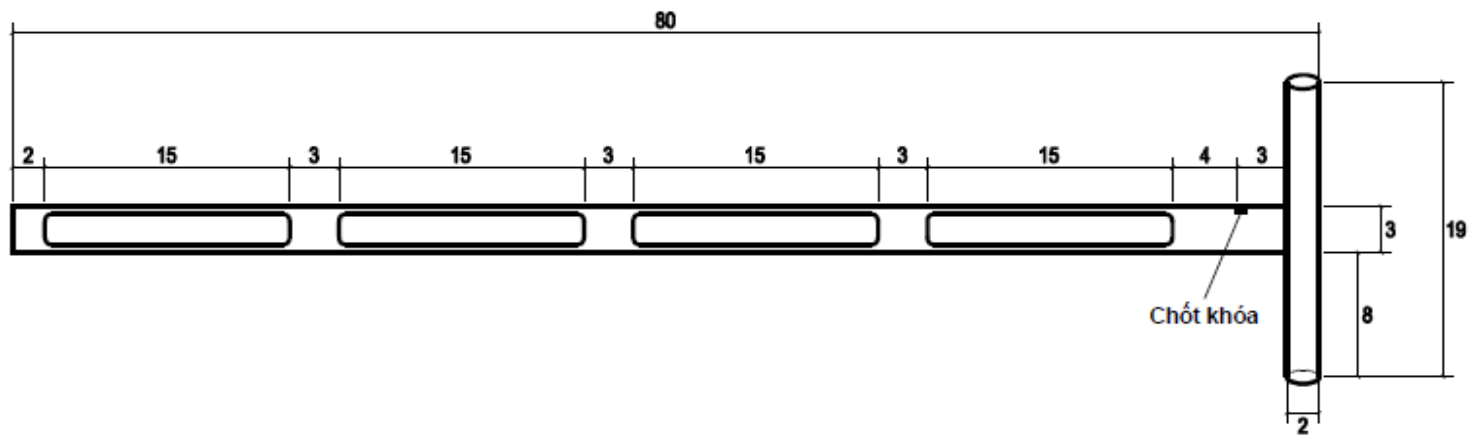
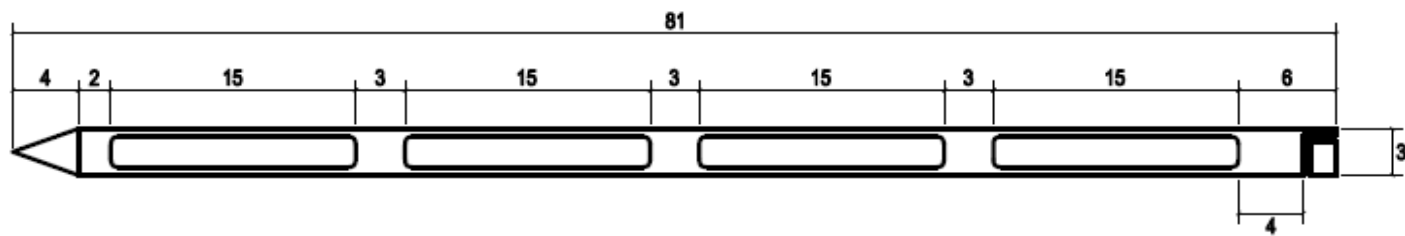
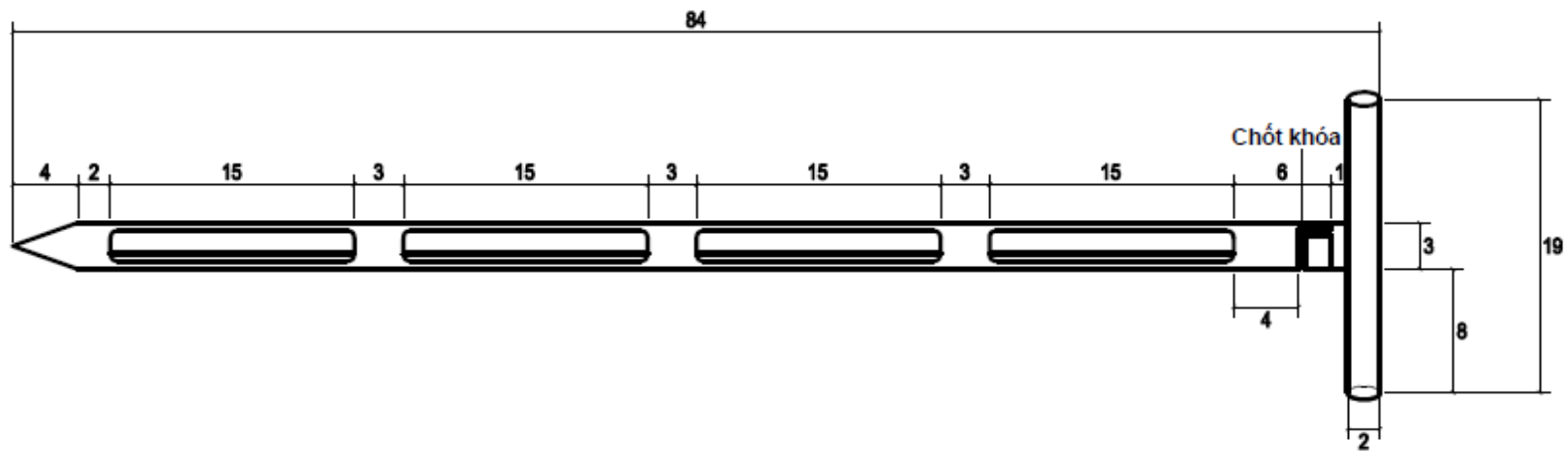
MẶT CẮT DỌC



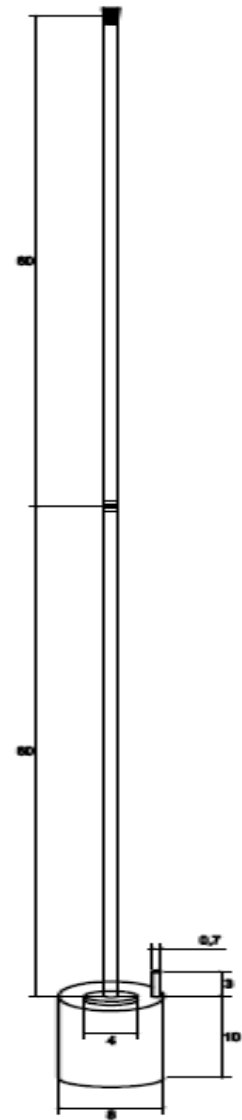
XÚC MÃU



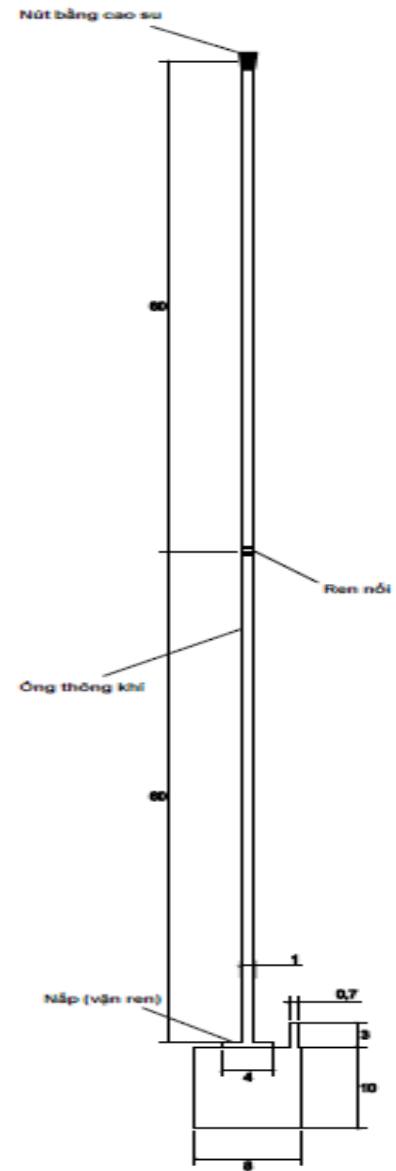
DAO CHIA MẪU



XIÊN CÓ NẮP ĐẬY

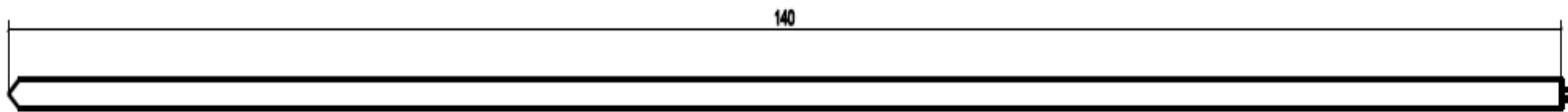


MẶT NGOÀI



MẶT CẮT DỌC

LẤY MẪU LÔNG (Hình trụ tròn)



MẶT NGOÀI



MẶT CẮT DỌC

LẤY MẪU LÔNG
(Hình trụ dài)

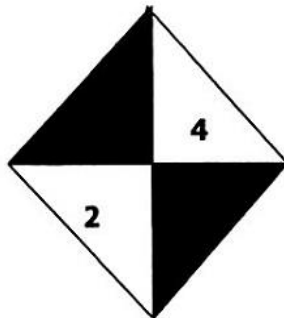
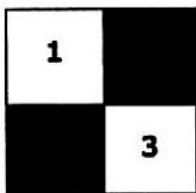
Phụ lục C

(Tham khảo)

Cách chia mẫu theo phương pháp đường chéo

- Trộn đều mẫu.
- Rải mẫu thành một lớp mỏng hình vuông trên tấm nhựa.
- Vạch 2 đường chéo của hình vuông, chia thành 4 hình tam giác.
- Lấy mẫu ở 2 tam giác đối đỉnh, loại bỏ mẫu ở hai tam giác kia.
- Trộn đều phần mẫu lấy được.
- Tiếp tục làm như trên nhiều lần cho đến khi khối lượng mẫu lấy được bằng khối lượng mẫu cần thiết theo quy định.

Phương pháp chia đều để lấy mẫu trung bình



Tên cơ quan lấy mẫu

PHỤ LỤC D (tham khảo)

CỘNG HÒA XÃ HỘI CHỦ NGHĨA VIỆT NAM
Độc lập - Tự do - Hạnh phúc

BIÊN BẢN LẤY MẪU PHÂN BÓN

Theo Biên bản kiểm tra/làm việc/ hợp đồng số:(nếu có)

1.Đại diện đoàn kiểm tra (nếu có):

Ông/bà: Chức vụ:

2. Tên cơ sở được lấy mẫu:

3. Địa chỉ: , Điện thoại:

Ông/bà: Chức vụ:

4. Người lấy mẫu:Mã số người lấy mẫu:

5. Địa điểm lấy mẫu:

6. Thời gian lấy mẫu:

7. Mục đích lấy mẫu:

8. Phương pháp lấy mẫu:

9. Thông tin về mẫu:

STT	Loại phân bón (vô cơ, hữu cơ hay phân bón khác)	Tên phân bón (ký hiệu mẫu)	Tên cơ sở và địa chỉ NSX/NK ghi trên nhãn	Thành phần, hàm lượng đăng ký trên bao bì	Đơn vị đóng gói	Lượng mẫu lấy	Khối lượng lô hàng	Ngày sản xuất/HSD, số lô (nếu có)	Ghi chú
1									
2									
...									

10. Tình trạng mẫu:

- Mỗi mẫu được chia làm: đơn vị.

- Mẫu được niêm phong có sự chứng kiến của đại diện cơ sở lấy mẫu

Biên bản được lập thành bản có giá trị như nhau, đã được các bên thông qua, mỗi bên giữ 01 bản./.

Đại diện cơ sở lấy mẫu
(Ký, ghi rõ họ tên, đóng dấu)

Người lấy mẫu
(Ký, ghi rõ họ tên)

Trưởng đoàn kiểm tra (nếu có)
(Ký, ghi rõ họ tên)

Phụ lục E (tham khảo)

CỘNG HÒA XÃ HỘI CHỦ NGHĨA VIỆT NAM
Độc lập - Tự do - Hạnh phúc

BIÊN BẢN GIAO NHẬN MẪU PHÂN BÓN

Hôm nay, ngày tháng ... năm

tại

Bên giao mẫu phân bón:

Đại diện:

Điện thoại:

Bên nhận mẫu phân bón:

Đại diện:

Điện thoại:

Đã tiến hành giao nhận mẫu phân bón để phân tích chất lượng, với số lượng, mã số các loại phân bón và yêu cầu phân tích như sau:

Tổng số mẫu phân tích là: mẫu. Ký hiệu mẫu là của bên giao mẫu.

STT	Ký hiệu mẫu	Lượng mẫu gửi	Chỉ tiêu phân tích								Phương pháp để nghị phân tích (nếu có)	Đặc điểm mẫu

Đại diện bên nhận mẫu

Đại diện bên giao mẫu

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1] IS 6092 part 1-1985- Methods of sampling and test for fertilizers
- [2] BS EN1482-1:2007 - Fertilizers and liming materials — Sampling and sample preparation.
- [3] Verordnung über Probenahmeverfahren und Analysemethoden für die amtliche Düngemittelüberwachung (Düngemittel-Probenahme- und Analyseverordnung)