

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 12105:2018

Xuất bản lần 1

PHÂN BÓN VI SINH VẬT – LẤY MẪU

Microbial fertilizers - Sampling

HÀ NỘI – 2018

Lời nói đầu

TCVN 12105:2018 do Viện Thổ nhưỡng Nông hóa 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 vi sinh vật - Lấy mẫu

Microbial fertilizers - Sampling

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp lấy mẫu để phân tích vi sinh vật hiếu khí và các chỉ tiêu lý hóa trong phân bón có chứa vi sinh vật, bao gồm phân bón vi sinh vật, phân bón hữu cơ vi sinh .

2 Thuật ngữ, định nghĩa

Trong tiêu chuẩn này sử dụng các thuật ngữ, định nghĩa sau:

2.1

Phân bón vi sinh vật (microbial fertilizer)

Là phân bón có chứa vi sinh vật có ích, có khả năng tạo ra các chất dinh dưỡng hoặc chuyển hóa thành các chất dinh dưỡng trong đất mà cây trồng có thể sử dụng được hoặc các vi sinh vật đối kháng có tác dụng ức chế các vi sinh vật gây hại cây trồng.

2.2

Phân bón hữu cơ vi sinh (organic microbial fertilizer)

Là phân bón trong thành phần chính gồm có chất hữu cơ và ít nhất 01 loài vi sinh vật có ích.

2.3

Vi sinh vật có ích (beneficial microorganisms)

Là các vi sinh vật đã được nghiên cứu, đánh giá hoạt tính sinh học; an toàn và có hiệu quả đối với đất, cây trồng; dùng để sản xuất các loại phân bón có chứa vi sinh vật.

2.4

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 10 tấn đối với phân bón vi sinh vật dạng rắn, 10 000 lít

TCVN 12105:2018

đối với phân bón vi sinh vật dạng lỏng và 100 tấn đối với phân bón hữu cơ vi sinh dạng rắn, 100 000 lít đối với phân bón hữu cơ vi sinh dạng lỏng.

2.5

Đơn vị bao gói (packaged unit)

Đơn vị đóng gói nhỏ nhất trong một lô phân bón vi sinh vật (2.4).

2.6

Mẫu ban đầu (primary sample)

Mẫu lấy trên một đơn vị bao gói hay một vị trí của sản phẩm đóng bao gói của một lô phân bón vi sinh vật (2.4).

2.7

Mẫu chung (bulk sample)

Lượng phân bón vi sinh vật thu được bằng cách gộp lại và trộn đều các mẫu ban đầu (2.6) thuộc phạm vi một lô phân bón vi sinh vật (2.4).

2.8

Mẫu giảm lược (reduced sample)

Một phần đại diện của mẫu chung (2.7) thu được bằng cách chia đều hoặc giảm lược liên tục mẫu chung sao cho khối lượng hoặc thể tích thu được đáp ứng đủ yêu cầu. Mẫu giảm lược phải thể hiện đầy đủ đặc tính điển hình của lô phân bón (2.4).

2.9

Mẫu phòng thử nghiệm (laboratory sample)

Lượng phân bón vi sinh vật được lấy từ mẫu giảm lược (2.8), đưa đến phòng thử nghiệm để phân tích.

3 Dụng cụ

3.1 Yêu cầu chung

Dụng cụ lấy mẫu, chia mẫu và chứa mẫu phải được chế tạo từ vật liệu không thấm nước, không hòa tan, không hấp thụ các chất có trong phân bón vi sinh vật, không ảnh hưởng đến chất lượng của sản phẩm (thường được làm bằng silicon, thủy tinh, inox, composit, ...).

Dụng cụ lấy mẫu, chia mẫu, chứa mẫu phải sạch, khô, không làm thay đổi hệ vi sinh vật của sản phẩm và phải được khử trùng trước khi sử dụng.

3.2 Chuẩn bị dụng cụ

Khử trùng dụng cụ bằng một trong các phương pháp sau:

- Khử trùng ướt ở nhiệt độ 121 °C trong nồi hấp áp lực không ít hơn 15 min; Sấy khô, để nguội trước khi sử dụng; hoặc
- Khử trùng khô ở nhiệt độ 160 °C trong tủ sấy không ít hơn 2 h; hoặc
- Chiếu xạ với tia gamma được tạo ra do nguồn ^{60}Co hoặc ^{137}Cs hoặc electron hoạt hóa năng lượng đủ (1×10^4 Gy đến 2×10^4 Gy);

Sau khi khử trùng, dụng cụ lấy mẫu phải được bảo quản trong điều kiện vô trùng cho đến khi sử dụng.

Đối với trường hợp lấy mẫu tại hiện trường, khi không có điều kiện áp dụng một trong các phương pháp trên, có thể làm sạch dụng cụ (phần tiếp xúc trực tiếp với phân bón vi sinh) bằng một trong các phương pháp sau:

- Nhúng ngập trong dung dịch etanol 70 % trong thời gian từ 1 min đến 2 min, đốt trên ngọn lửa, để nguội trước khi sử dụng; hoặc
- Lau bề mặt bằng bông sạch tẩm etanol 70 % hoặc tráng bề mặt bằng etanol 70 %, để khô trước khi sử dụng; hoặc
- Nhúng ngập trong nước ở nhiệt độ 100 °C trong thời gian từ 10 min đến 20 min, để khô trước khi sử dụng;

Dụng cụ lấy mẫu được làm sạch bằng phương pháp trên phải được sử dụng ngay sau khi khô hay nguội.

3.3 Dụng cụ lấy mẫu

3.3.1 Ống xăm

Ống xăm có dạng hình trụ dùng để lấy các loại phân bón vi sinh vật dạng rắn (hạt, viên, bột). Ống xăm có các kích cỡ khác nhau tùy thuộc vào kích thước đơn vị bao gói của lô phân bón vi sinh vật;

Ống xăm phải có độ dài đủ để xuyên hết đường kính bao phân bón vi sinh vật; Đường kính trong của ống xăm ít nhất phải lớn hơn 3 lần đường kính hạt hoặc viên sản phẩm.

3.3.2 Dụng cụ lấy mẫu dạng lồng, dạng bán lồng

Sử dụng một trong các dụng cụ sau:

- Ống lấy mẫu (silicon, ống thủy tinh, ống inox, v.v...); Đường kính ống 1 - 2 cm; chiều dài ống đủ để thả dọc theo chai, tég, thùng, phuy, ... chứa phân bón vi sinh vật.
- Dụng cụ lấy mẫu hình trụ: Có dung tích 500 mL, phần trên có ống thông khí, đồng thời là tay cầm để ấn xuống theo phương thẳng đứng so với bề mặt của thùng chứa phân bón vi sinh vật.
- Dụng cụ lấy mẫu dạng pittông: Có dung tích 500 mL, sử dụng để hút mẫu.

3.4 Dụng cụ chia mẫu

3.4.1 Dụng cụ chia mẫu dạng rắn

TCVN 12105:2018

Dụng cụ chia mẫu thủ công (xẻng, dao chia mẫu) hoặc dụng cụ chia mẫu tự động.

3.4.2 Dụng cụ chia mẫu dạng lòng, dạng bán lòng

Sử dụng các bình, chai, lọ, ... có dung tích thích hợp hoặc dụng cụ chia mẫu tự động.

3.5 Dụng cụ chứa mẫu

Có dung tích và hình dạng phù hợp với kích thước của các đơn vị mẫu; Khối lượng mẫu được lưu giữ không lớn hơn 70 % dung tích của dụng cụ chứa (để không xảy ra điều kiện yếm khí dưới đáy của các dụng cụ chứa mẫu);

4 Phương pháp lấy mẫu

4.1 Yêu cầu chung

- Mẫu được lấy phải đại diện cho cả lô phân bón vi sinh vật;
- Mẫu được lấy phải là các bao nguyên gói; Không lấy mẫu ở các bao gói có dấu hiệu hư hỏng (rách, ướt, biến dạng, ...);
- Không bổ sung chất bảo quản vào mẫu;
- Trong quá trình lấy mẫu và vận chuyển phải đảm bảo tránh các tác nhân từ bên ngoài ảnh hưởng đến mẫu, giữ mẫu được nguyên trạng như lúc ban đầu cho đến khi được phân tích trong phòng thử nghiệm.

4.2 Xác định số lượng mẫu ban đầu

4.2.1 Đối với lô phân bón vi sinh vật dạng rắn

4.2.1.1 Trường hợp phân bón vi sinh vật được chứa trong đơn vị bao gói (bao, túi, ...)

Số lượng mẫu ban đầu cần lấy đối với mỗi lô hàng được quy định trong Bảng 1.

Bảng 1 – Số lượng mẫu ban đầu đối với lô phân bón vi sinh vật dạng rắn được bao gói

Tổng số bao gói trong lô hàng (đơn vị bao gói)	Số lượng bao gói được lấy mẫu (bao gói)
Đến 100	7
Từ 101 đến 1 000	11
Từ 1001 đến 10 000	15
Lớn hơn 10 000	19

4.2.1.2 Trường hợp phân bón vi sinh vật được chứa trong các đơn vị bao gói (bao, túi, ...) và xếp trong các thùng hoặc hộp bìa cứng

Số lượng mẫu ban đầu theo quy định tại 4.2.1.1 để xác định số lượng thùng hoặc hộp bìa cứng được lấy.

Nếu tổng số thùng hoặc hộp bìa cứng của lô phân bón vi sinh vật không lớn hơn 1 000 thì mỗi thùng, hộp bìa cứng được lấy mẫu, chỉ lấy ra một đơn vị bao gói làm mẫu ban đầu.

4.2.2 Đối với lô phân bón vi sinh vật dạng lỏng, dạng bán lỏng

4.2.2.1 Trường hợp phân bón vi sinh vật được chứa trong đơn vị bao gói (chai, hộp, túi, ...) và xếp trong thùng hoặc hộp bìa cứng

Áp dụng như 4.2.1.2.

4.2.2.2 Trường hợp phân bón vi sinh vật được chứa trong đơn vị bao gói (chai, hộp, túi, ...) có thể tích không lớn hơn 50 L

Áp dụng như 4.2.1.1.

4.2.2.3 Trường hợp phân bón vi sinh vật được chứa trong đơn vị bao gói (téc, thùng, phuy, ...) có thể tích lớn hơn 50 L

Số lượng mẫu ban đầu cần lấy đối với mỗi lô hàng được qui định trong Bảng 2.

Bảng 2 - Số lượng mẫu ban đầu tối thiểu đối với lô phân bón vi sinh vật dạng lỏng, dạng bán lỏng, có thể tích lớn hơn 50 L

Thể tích của lô hàng (L)	Số lượng mẫu ban đầu cần lấy (mẫu)
Đến 100	7
Từ 101 đến 1 000	11
Từ 1001 đến 10 000	15
Lớn hơn 10 000	19

CHÚ THÍCH 1: Cần lắc kỹ hoặc khuấy đều phân bón vi sinh vật chứa trong téc, thùng, phuy, ... trước khi lấy mẫu.

4.3 Xác định vị trí lấy mẫu ban đầu

4.3.1 Phân bón vi sinh vật có bao gói

Các mẫu ban đầu được lấy ngẫu nhiên ở các vị trí trên, giữa, dưới, các góc của lô phân bón vi sinh vật.

4.3.2 Phân bón vi sinh vật dạng lỏng, dạng bán lỏng

Các mẫu ban đầu phải được lấy dọc theo chiều sâu, ở giữa và các vị trí xung quanh của téc, thùng, phuy, ... chứa phân bón vi sinh vật.

4.4 Xác định cỡ mẫu

4.4.1 Cỡ mẫu phòng thử nghiệm

TCVN 12105:2018

- Trong trường hợp phân bón vi sinh vật chứa trong bao gói có khối lượng bao gói nhỏ hơn 500 g hoặc 500 mL, cỡ mẫu thử nghiệm không nhỏ hơn 100 g hoặc 100 mL.

- Trong trường hợp phân bón vi sinh vật chứa trong bao gói có khối lượng bao gói không nhỏ hơn 500 g hoặc 500 mL, cỡ mẫu thử nghiệm không nhỏ hơn 500 g hoặc 500 mL.

4.4.2 Cỡ mẫu ban đầu

Cỡ mẫu ban đầu tùy thuộc vào cỡ mẫu thử nghiệm, số mẫu ban đầu cần lấy và số lần giảm lược được tính theo công thức:

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

trong đó:

m là cỡ mẫu ban đầu cần lấy, tính bằng gram hoặc mililit (g hoặc mL);

A là cỡ mẫu phòng thử nghiệm, tính bằng gram hoặc mililit (g hoặc mL);

a là số mẫu ban đầu cần lấy;

k là số lần giảm lược mẫu (số lần chia đều mẫu rồi lấy một nửa số lượng hoặc khối lượng mẫu chung);

l là số đơn vị mẫu được chia ra từ mẫu giảm lược (Ví dụ: l=3, trong trường hợp mẫu giảm lược được chia làm 3 đơn vị mẫu; gồm mẫu thử nghiệm, mẫu lưu tại cơ sở lấy mẫu và mẫu lưu tại đơn vị lấy mẫu).

VÍ DỤ 1: Lấy mẫu từ lô phân bón vi sinh dạng rắn có 900 bao, bao gói có khối lượng 500 g, mẫu được chia làm 3 đơn vị mẫu, thực hiện giảm lược 2 lần; Khi đó, cỡ mẫu phòng thử nghiệm là 500 g (4.4.1); Số mẫu ban đầu cần

lấy là 11 (4.2.1.1): Cỡ mẫu ban đầu cần lấy là: $m = \frac{500}{11} \times 2^2 \times 3 = 545,45 \text{ g}$.

4.4.3 Cỡ mẫu chung

Được gộp, trộn hoặc lắc đều tất cả các mẫu ban đầu của một lô phân bón vi sinh vật trong dụng cụ chứa mẫu (3.5).

4.4.4 Cỡ mẫu giảm lược

4.4.4.1 Đối với phân bón vi sinh vật dạng rắn

Trộn đều mẫu chung (4.4.3) trong điều kiện vô trùng, giảm lược mẫu nhiều lần (xem A1 Phụ lục A) đến khi mẫu giảm lược có khối lượng không nhỏ hơn 1 500 g đối với mẫu phân bón vi sinh vật được bao gói với khối lượng không nhỏ hơn 500 g hoặc không nhỏ hơn 300 g đối với mẫu phân bón vi sinh vật được bao gói với khối lượng nhỏ hơn 500 g.

Chia mẫu giảm lược thành ba phần đều nhau, cho vào ba dụng cụ chứa mẫu, dán nhãn, đánh mã số và niêm phong. Một phần được gửi đến phòng thử nghiệm đã được chỉ định để đánh giá chất lượng, một phần được lưu tại cơ sở lấy mẫu và một phần được lưu tại đơn vị lấy mẫu.

4.4.4.2 Đối với phân bón vi sinh vật dạng lỏng, dạng bán lỏng

Trộn, lắc đều mẫu chung trong điều kiện vô trùng, giảm lược mẫu nhiều lần (xem A2 Phụ lục A) đến khi mẫu giảm lược có thể tích không nhỏ hơn 1 500 mL đối với mẫu phân bón vi sinh vật có đơn vị bao gói với thể tích không nhỏ hơn 500 mL hoặc không nhỏ hơn 300 mL đối với mẫu phân bón vi sinh vật có đơn vị bao gói với thể tích nhỏ hơn 500 mL.

Chia mẫu giảm lược thành ba phần đều nhau, cho vào ba dụng cụ chứa mẫu, dán nhãn, đánh mã số và niêm phong. Một phần được gửi đến phòng thử nghiệm để đánh giá chất lượng, một phần được lưu tại cơ sở lấy mẫu và một phần được lưu tại đơn vị lấy mẫu.

CHÚ THÍCH 2: Trường hợp phân bón vi sinh vật có đơn vị bao gói với khối lượng nhỏ hơn 100 g hoặc thể tích nhỏ hơn 100 mL thì lấy nguyên đơn vị bao gói làm mẫu ban đầu; lấy ngẫu nhiên số lượng đơn vị bao gói bảo đảm đủ khối lượng hoặc thể tích mẫu phòng thử nghiệm theo quy định tại 4.4.4.

5 Bao gói, ghi nhãn mẫu

5.1 Bao gói

Mẫu thử nghiệm phải được chứa trong bao gói đã được khử trùng, không 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 chứa trong bao gói cách ẩm và được bảo quản trong điều kiện tương tự điều kiện ban đầu của mẫu;

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

5.2 Ghi nhãn

Thông tin viết trên nhãn hoặc viết trực tiếp trên bao chứa mẫu phải không tẩy xóa được; mực viết, mực dấu sử dụng không được thôi 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 vi sinh vật, 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 Vận chuyển, bảo quản mẫu trong quá trình vận chuyển

Mẫu cần được gửi đến phòng thử nghiệm càng nhanh càng tốt;

Mẫu được giữ trong tối, thoáng khí, giữ mẫu ở nhiệt độ từ 20 °C đến 25 °C hoặc được bảo quản tương đương với điều kiện ban đầu của mẫu (Trừ khi có yêu cầu đặc biệt của nhà sản xuất);

TCVN 12105:2018

Không được làm cho phân bón vi sinh vật bị khô hoặc trở nên sũng nước, tránh để mẫu bị đè nén vật lý, duy trì tính nguyên vẹn của mẫu.

7 Bảo quản mẫu tại phòng thử nghiệm

Mẫu cần được phân tích càng sớm càng tốt sau khi nhận và trong thời hạn sử dụng của mẫu;

Mẫu được bảo quản giữ trong tối, thoáng khí, giữ mẫu ở nhiệt độ từ 20 °C đến 25 °C hoặc được bảo quản tương đương với điều kiện ban đầu của mẫu (Trừ khi có yêu cầu đặc biệt của nhà sản xuất);

8 Báo cáo lấy mẫu

Báo cáo chi tiết về lấy mẫu phụ thuộc vào mục đích lấy mẫu, tối thiểu các dữ liệu sau cần phải đưa vào báo cáo.

- Viện dẫn tiêu chuẩn này;
- Ngày lấy mẫu;
- Tên và chữ ký của người lấy mẫu;
- Tên và chữ ký của chủ lô hàng;
- Mô tả sản phẩm, bao gồm: Cỡ lô, khối lượng mẫu, nguồn gốc mẫu;
- Mô tả thao tác lấy mẫu, bao gồm: Vị trí và điểm lấy mẫu, số lượng mẫu ban đầu trên một lô, số lượng các mẫu thử nghiệm trên một lô, quy trình lấy mẫu đã sử dụng, nơi gửi mẫu, tên và địa chỉ mà mẫu được gửi đến;
- Các điều kiện vận chuyển và bảo quản;
- 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.

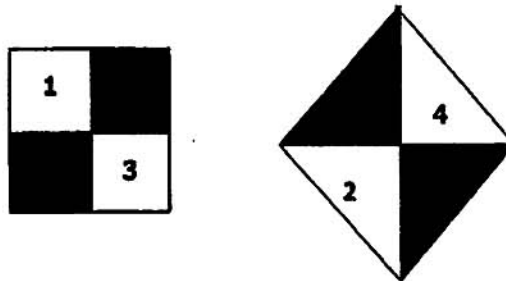
Phụ lục A

(Quy định)

Phương pháp giảm lược mẫu phân bốn vi sinh vật**A1 Đối với phân bốn vi sinh vật dạng rắn**

- Trộn đều mẫu trong điều kiện vô trùng;
- Dàn mẫu thành một lớp phẳng 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 giảm lược

**A2 Đối với phân bốn vi sinh vật dạng lỏng, dạng bán lỏng**

- Trộn đều mẫu trong dụng cụ chia mẫu;
- Lấy ra một phần thể tích mẫu bằng với thể tích mẫu cần thiết theo quy định.

THƯ MỤC TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1] TCVN 6166:2002. Phân bón vi sinh vật cố định nitơ.
 - [2] TCVN 6167:1996. Phân bón vi sinh vật phân giải hợp chất phốt pho khó tan.
 - [3] TCVN 7185:2002. Phân hữu cơ vi sinh vật.
 - [4] TCVN 7538-6:2010 (ISO 10381-6:2009). Chất lượng đất - Lấy mẫu - Phần 6: Hướng dẫn về thu thập, xử lý và bảo quản mẫu đất ở điều kiện hiếu khí để đánh giá các quá trình hoạt động, sinh khối và tính đa dạng của vi sinh vật trong phòng thí nghiệm.
 - [5] TCVN 8880:2011. Chất lượng nước - Lấy mẫu để phân tích vi sinh vật.
 - [6] TCVN 9486:2013. Phân bón - Phương pháp lấy mẫu.
 - [7] Nghị định số 108/2017/NĐ-CP ngày 20/9/2017 của Chính phủ về quản lý phân bón.
 - [8] Biofertilizers and Organic Fertilizers in Fertilizer (Control). National Centre of Organic Farming. Department of Agriculture and Cooperation, Ministry of Agriculture, Govt of India. Order, 1985.
-