

**TCVN 10675:2015**

Xuất bản lần 1

**PHÂN BÓN - XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG NIKEN  
TỔNG SỐ - PHƯƠNG PHÁP PHỔ HẤP THỤ  
NGUYÊN TỬ NGỌN LỬA**

*Fertilizers – Determination of total nickel content by  
flame atomic absorption spectrometry*

**HÀ NỘI – 2015**



## **Lời nói đầu**

**TCVN 10675:2015** 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 - Xác định hàm lượng niken tổng số - phương pháp phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa

*Fertilizers - Determination of total nickel content by flame atomic absorption spectrometry*

### 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng niken tổng số bằng phép đo phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa.

### 2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau là rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng phiên 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 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 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

Sử dụng hỗn hợp dung dịch axit nitric và axit clohydric để chuyển hóa các hợp chất chứa niken về dạng ion hòa tan trong dung dịch. Sau đó xác định hàm lượng niken trong dung dịch bằng phép đo phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa.

### 4 Thuốc thử

Trong suốt quá trình phân tích, trừ khi có quy định khác chỉ dùng các thuốc thử có cấp tinh khiết phân tích và tinh khiết phân tích quang phổ. Sử dụng nước khử ion hoặc nước cất từ thiết bị hoàn toàn bằng thủy tinh, phù hợp với loại 2 của TCVN 4851 (ISO 3696) hoặc nước có cấp tinh khiết tương đương.

## **TCVN 10675:2015**

### **4.1 Axit clohydric (HCl), 37 %; khối lượng riêng $d \sim 1,18$ g/ml**

Phải sử dụng axit clohydric cùng mẻ trong suốt quá trình thử.

### **4.2 Axit nitric (HNO<sub>3</sub>), 65 %; khối lượng riêng $d \sim 1,42$ g/ml**

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

### **4.3 Dung dịch cường thủy, hỗn hợp axit clohydric đặc và axit nitric đặc tính theo tỷ lệ thể tích (3 /1).**

### **4.4 Dung dịch axit clohydric 10 %**

Thêm 236,4 ml axit clohydric đặc (4.1) vào bình định mức dung tích 1 000 ml đã chứa sẵn 500 ml nước cất, để nguội và thêm nước đến vạch mức, lắc đều.

### **4.5 Dung dịch axit nitric 1/1 (theo thể tích)**

Thêm 500 ml axit nitric (4.2) vào bình định mức dung tích 1 000 ml đã chứa sẵn 400 ml nước cất, để nguội và thêm nước đến vạch mức, lắc đều.

### **4.6 Dung dịch tiêu chuẩn niken gốc tương ứng với nồng độ niken 1 000 mg Ni/l**

### **4.7 Dung dịch tiêu chuẩn niken tương ứng với nồng độ niken 50 mg Ni/l**

Dùng pipet lấy 50,00 ml dung dịch tiêu chuẩn niken gốc 1 000 mg Ni/l (4.6) cho vào bình định mức dung tích 1 000 ml. Thêm 20,00 ml axit clohydric (4.4) và thêm nước đến vạch mức, lắc đều.

## **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:

### **5.1 Bình tam giác, dung tích 100 ml.**

### **5.2 Bình định mức, dung tích 50; 100; 1 000 ml.**

### **5.3 Pipet, dung tích 1; 2; 4; 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 $\pm 0,001$ g và $\pm 0,0001$ g.**

**5.5 Dụng cụ phân hủy, có thể sử dụng bếp phân hủy dạng thông thường hoặc thiết bị phân hủy bằng lò vi sóng.**

**5.6 Máy quang phổ hấp thụ nguyên tử, phải được trang bị đèn catốt rỗng hoặc đèn phóng điện không cực phù hợp với nguyên tố niken hay có thể dùng đèn phổ liên tục có biến điệu (theo kiến nghị về đèn của các hãng sản xuất máy), một hệ thống hiệu chỉnh nền, một đầu đốt thích hợp với ngọn lửa không khí /axetylen (vận hành theo hướng dẫn của nhà sản xuất).**

### **5.7 Rây, có đường kính lỗ 2 mm.**

### **5.8 Tủ sấy, nhiệt độ $120^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ .**

**5.9** Tất cả dụng cụ thủy tinh phải được làm sạch cẩn thận trước khi xác định nguyên tố vết bằng cách ngâm trong dung dịch axit clohydric 5 % (theo thể tích) trong ít nhất là 6 h, sau đó xúc rửa bằng nước và tráng lại bằng nước cất trước khi dùng.

## **6 Chuẩn bị mẫu**

**6.1 Phân bón dạng rắn:** Chuẩn bị mẫu theo TCVN 10683:2015.

### **6.2 Phân bón dạng lỏng**

**6.2.1 Dạng dung dịch:** Mẫu lấy ban đầu không ít hơn 50 ml, trước khi lấy mẫu để tiến hành phép thử, mẫu phải được lắc đều.

**6.2.2 Dạng lỏng sền sệt:** Mẫu lấy ban đầu không ít hơn 200 g, trước khi lấy mẫu để tiến hành phép thử, mẫu phải được trộn đều.

## **7 Cách tiến hành**

### **7.1 Phân hủy mẫu**

#### **7.1.1 Phân bón dạng rắn**

**7.1.1.1** Cân khoảng 2 g mẫu bằng cân (5.4) có độ chính xác đến 0,001 g cho vào bình tam giác dung tích 100 ml (5.1). Thêm 15 ml dung dịch cường thủy (4.3) 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 (4.4) lắc cho tan. Chuyển toàn bộ mẫu đã phân hủy sang bình định mức dung tích 100 ml thêm nước và định mức đến vạch (V). Lọc bỏ cặn trước khi thực hiện phép đo.

#### **7.1.2 Phân bón dạng lỏng**

**7.1.2.1** Mẫu thử ở dạng dung dịch (6.2.1): Dùng pipet (5.3) lấy 2,00 ml mẫu và cân chính xác đến 0,001 g để xác định khối lượng (g), cho vào bình tam giác dung tích 100 ml (5.1), thêm 15 ml dung dịch cường thủy (4.3), đun sôi nhẹ trong 1 h, tiếp tục thực hiện như (7.1.1.3).

**7.1.2.2** Mẫu thử ở dạng sền sệt (6.2.2): Cân khoảng 2 g mẫu chính xác đến 0,001g, cho vào bình tam giác dung tích 100 ml (5.1), thêm 15 ml dung dịch cường thủy (4.3), đun sôi nhẹ trong 1 h, tiếp tục thực hiện như (7.1.1.3).

**7.1.3** Phải tiến hành đồng thời hai mẫu trắng cùng điều kiện phân hủy với mẫu thử.

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

## **7.2 Chuẩn bị các dung dịch tiêu chuẩn**

**7.2.1** Dùng pipet (5.3) lấy 1,00; 2,00; 4,00; 6,00; 8,00 ml dung dịch tiêu chuẩn niken (4.7) cho vào một loạt bình định mức 50 ml, thêm dung dịch axit clohydric (4.4), trộn đều và định mức đến vạch mức. Các dung dịch này tương ứng với các nồng độ niken là: 1,00; 2,00; 4,00; 6,00; 8,00 mg/l.

**7.2.2** Trong dãy tiêu chuẩn, hàm lượng niken tối đa có thể cao hơn phụ thuộc vào khuyến cáo của từng hãng sản xuất máy AAS.

## **7.3 Tối ưu hóa các điều kiện đo**

**7.3.1** Đặt các điều kiện thích hợp theo hướng dẫn của nhà sản xuất (bước sóng, khe đo, cường độ dòng đèn, tỷ lệ không khí/ axetylen).

**7.3.2** Tối ưu hóa điều kiện hút mẫu theo hướng dẫn của nhà sản xuất.

**7.3.3** Tối ưu hóa chiều cao đầu đốt và những điều kiện của ngọn lửa. Sao cho độ hấp thụ của dung dịch nằm trong khoảng 0,1 đến 0,9 abs (absorption), hoặc đạt giá trị hấp thụ tiêu chuẩn của từng máy tương ứng với nồng độ dung dịch hiệu chuẩn của nhà sản xuất khuyến cáo.

Ví dụ: Với máy AAnalyst 800 của hãng PerkinElmer thì nồng độ hiệu chuẩn của crom ở bước sóng 357,9 nm là 4,00 mg/l đạt khoảng 0,200 abs là thích hợp.

## **7.4 Lập đường chuẩn**

Lập đồ thị xác định niken theo phương pháp đường chuẩn, khoảng xác định của phép đo được lập theo khuyến cáo của máy ứng với bước sóng đã chọn. Đồ thị được lập với nồng độ theo mg/l của các dung dịch tiêu chuẩn theo (7.2) trên trục hoành và những giá trị hấp thụ tương ứng trên trục tung.

## **7.5 Xác định mẫu thử**

**7.5.1 Chuẩn bị mẫu thử:** Mẫu trắng và các mẫu thử phải có môi trường đồng nhất với mẫu chuẩn. Giữa mỗi lần đo các mẫu phải rửa ống hút để tránh nhiễm bẩn đến các mẫu thử. Nếu nồng độ của các mẫu thử lớn hơn giới hạn xác định của máy thì cần phải pha loãng mẫu thử bằng dung dịch axit clohydric (4.6). Nếu nồng độ của mẫu thử nhỏ hơn giới hạn xác định của máy thì cần thiết phải xử lý mẫu bằng cách làm giàu hoặc xác định bằng phương pháp thêm chuẩn. Số đọc của các dung dịch ở trên máy được lặp lại ít nhất ba lần, lấy kết quả trung bình.

**7.5.2** Đo dung dịch mẫu thử trắng ghi số đọc kết quả trên máy ( $D_t$ ).

**7.5.3** Đo dung dịch mẫu thử ghi số đọc kết quả mẫu thử phân bón trên máy ( $D_m$ ).

**7.5.4** Trong suốt quá trình đo mẫu thử cần luôn luôn kiểm tra độ hấp thụ của mẫu hiệu chuẩn.

## **8 Tính kết quả**

**8.1** Hàm lượng niken ( $C_{Ni}$ ) trong phân bón thương phẩm tính bằng mg/kg, theo công thức sau:

$$C_{Ni}(mg/kg) = \frac{(D_m - D_t) \times F \times V}{m} \quad (1)$$



Trong đó:

$D_t$  kết quả đo của dung dịch mẫu thử trắng đã pha loãng (7.5.1), tính bằng (mg/l);

$D_m$  kết quả đo của dung dịch mẫu thử phân bón đã pha loãng (7.5.2), tính bằng (mg/l);

$V$  thể tích dung dịch mẫu sau phân hủy theo (7.1.1.3), tính bằng (ml);

$m$  khối lượng cân mẫu (7.1.1.1) hoặc khối lượng tương ứng theo (7.1.2), tính bằng (g);

$F$  hệ số pha loãng của dung dịch sau phân hủy.

**8.2** Hàm lượng niken ( $C_{Ni}$ ) trong phân bón khô kiệt tính bằng mg/kg, theo công thức sau:

$$C_{Ni}(mg/kg) = \frac{(D_m - D_t) \times F \times V}{m} \times k \quad (2)$$

Trong đó:

$D_t$  kết quả đo của dung dịch mẫu thử trắng đã pha loãng (7.5.1), tính bằng (mg/l);

$D_m$  kết quả đo của dung dịch mẫu thử phân bón đã pha loãng (7.5.2), tính bằng (mg/l);

$V$  thể tích dung dịch mẫu sau phân hủy theo (7.1.1.3), tính bằng (ml);

$m$  khối lượng cân mẫu (7.1.1.1) hoặc khối lượng tương ứng theo (7.1.2), tính bằng (g);

$F$  hệ số pha loãng của dung dịch sau phân hủy.

$k$  hệ số khô kiệt.

**8.3** 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.

## 9 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải bao gồm ít nhất 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.

---