

**TCVN 10678:2015**

Xuất bản lần 1

**PHÂN BÓN RẮN - XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG PHOSPHO  
HÒA TAN TRONG NƯỚC - PHƯƠNG PHÁP QUANG PHỔ**

*Solid fertilizers - Determination of water- soluble phosphate content  
- Spectrophotometric method*

**HÀ NỘI - 2015**



## **Lời nói đầu**

**TCVN 10678:2015** 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 rắn – Xác định hàm lượng phospho hòa tan trong nước – Phương pháp quang phổ

*Solid fertilizer – Determination of water-soluble phosphate content – Spectrophotometric method*

### 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng phospho (V) oxit hòa tan trong nước của phân bón dạng rắn bằng phương pháp quang phổ.

### 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 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

Hàm lượng phospho trong dịch chiết được xác định bằng phương pháp đo màu vàng của phức chất tạo thành giữa phospho và vanadomolybdat, hoặc đo màu xanh molipden do phản ứng của photpho với molybdat tạo thành phức đa dị vòng có màu xanh khi bị khử.

### 4 Thuốc thử

Hoá chất sử dụng để pha các chất chuẩn đạt loại tinh khiết hoá học, hoá chất sử dụng để phân tích đạt loại tinh khiết phân tích;

**4.1 Nước**, nước sử dụng trong quá trình phân tích có độ tinh khiết phù hợp với quy định trong TCVN 4851 (ISO 3639).

## TCVN 10678:2015

**4.2 Dung dịch phospho tiêu chuẩn**, nồng độ 1000 mg P/l.

**4.3 Dung dịch phospho**, nồng độ 100 mg P/l:

Lấy 50 ml dung dịch phospho tiêu chuẩn (4.2) cho vào bình định mức dung tích 500 ml, thêm nước đến vạch định mức.

**4.4 Hỗn hợp tạo màu vàng vanadomolybdat:**

Cân 25 g amoni molybdat  $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}]$  cho vào cốc dung tích 500 ml, thêm 300 ml nước (4.1) nóng 60 °C, khuấy tan, để nguội, chuyển vào bình định mức dung tích 500 ml, thêm nước đến vạch định mức (dung dịch 1);

Cân 1,25 g amoni meta vanadat ( $\text{NH}_4\text{VO}_3$ ) vào cốc dung tích 500 ml, thêm 300 ml  $\text{HNO}_3$  1 N, khuấy tan, chuyển vào bình định mức dung tích 500 ml, thêm  $\text{HNO}_3$  1 N đến vạch định mức (dung dịch 2);

Trộn 2 dung dịch trên với thể tích bằng nhau (1:1) được hỗn hợp tạo màu vàng vanadomolybdat, trộn trước khi sử dụng.

**4.5 Hỗn hợp khử tạo màu xanh sử dụng cho phương pháp đo màu xanh molipden** (xem phụ lục A);

**4.6 Chỉ thị màu  $\alpha$  dinitrophenol**, 0,1 %.

**4.7 Axit nitric ( $\text{HNO}_3$ )**  $d = 1,4$ .

**4.8 Dung dịch axit nitric ( $\text{HNO}_3$ )**, 2 N:

Lấy 135 ml  $\text{HNO}_3$   $d=1,4$  vào cốc dung tích 1000 ml đã có sẵn 500 ml nước, khuấy đều chuyển vào bình định mức dung tích 1000 ml, thêm nước đến vạch định mức, bảo quản kín.

**4.9 Axit clohydric (HCl)**  $d = 1,19$ .

**4.10 Axit clohydric (HCl)**, 10 %:

Lấy 263 ml HCl  $d= 1,19$  vào cốc dung tích 1000 ml đã có sẵn 500 ml nước, khuấy đều chuyển vào bình định mức dung tích 1000 ml, thêm nước đến vạch định mức, bảo quản kín.

**4.11 Amoni hydroxyt ( $\text{NH}_4\text{OH}$ )**, 25 %.

**4.12 Amoni hydroxyt ( $\text{NH}_4\text{OH}$ )**, 10 %:

Lấy 80 ml dung dịch  $\text{NH}_4\text{OH}$  25 % cho vào cốc dung tích 200 ml đã có sẵn 80 ml nước cất, khuấy đều chuyển vào bình định mức dung tích 200 ml, thêm nước cất đến vạch, bảo quản kín.

## 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 Máy quang phổ**, có bước sóng từ 400 nm đến 850 nm.

**5.2 Máy lắc tròn**, có điều khiển tốc độ, với tần suất 35 đến 40 vòng/min.

**5.3 Tủ sấy**, 200 °C ± 5 °C.

**5.4 Cân phân tích**, độ chính xác 0,000 2 g.

**5.5 Máy đo pH**.

**5.6 Rây**, đường kính lỗ 2 mm.

**5.7 Phễu lọc**, đường kính 8 mm

**5.8 Giấy lọc mịn**.

**5.9 Bình tam giác**, có vạch mức dung tích 500 ml.

**5.10 Cốc**, dung tích 200; 1000 ml

**5.11 Buret**, dung tích 50 ml, độ chính xác 0,1 ml.

**5.12 Bình định mức**, dung tích 50; 100; 200; 500; 1000 ml.

## **6 Chuẩn bị mẫu**

Mẫu phân bón được chuẩn bị theo TCVN 10683:2015

## **7 Cách tiến hành**

### **7.1 Chiết mẫu**

7.1.1 Cân khoảng 5 g mẫu đã được chuẩn bị theo Điều 6 chính xác đến 0,001 g cho vào bình tam giác có dung tích 500 ml (5.9), cho vào 400 ml nước ở nhiệt độ trong phòng.

7.1.2 Lắc nhẹ bằng tay để phân tán mẫu và tránh mẫu dính vào thành bình.

7.1.3 Đặt bình vào máy lắc (5.2), điều chỉnh tốc độ từ 35 đến 40 vòng/min và lắc trong 30 min.

7.1.4 Cho nước cất đến vạch định mức, trộn đều bằng lắc nhẹ bằng tay.

7.1.5 Lọc qua giấy lọc khô không có phospho có tốc độ chảy trung bình, thu dịch lọc vào bình tam giác có dung tích 500 ml (dung dịch A). Loại bỏ 50 ml dịch lọc đầu tiên.

CHÚ THÍCH 1: Đối với mẫu cứng khó thấm dịch có thể nghiền mẫu trong cối sứ với nước cất trước khi lắc lọc.

7.1.6 Chuẩn bị đồng thời 2 mẫu trắng không có mẫu thử, tiến hành đồng nhất điều kiện như mẫu thử.

### **7.2 Kiểm tra máy quang phổ**

Máy quang phổ có bước sóng từ 400 nm đến 850 nm, độ phân giải bước sóng nhỏ hơn 2 nm, trong khoảng đo độ hấp thụ quang và nồng độ phát pho có tương quan theo phương trình  $y = ax$  đều có thể sử dụng để phân tích phospho.

### **7.3 Xác định phospho hòa tan trong nước - phương pháp đo "màu vàng vanadomolyptat"**

Áp dụng cho các mẫu có hàm lượng phát pho cao, dung dịch A sau khi chiết không có màu vàng.

**7.3.1 Lập thang chuẩn và vẽ đường chuẩn phospho trong khoảng nồng độ từ 0 mg P/l đến 20 mg P/l:**

Pha loãng dung dịch phospho có nồng độ 100 mg P/l (4.3) thành dung dịch làm việc nồng độ 50 mg P/l, đủ dùng trong ngày;

Sử dụng 8 bình định mức dung tích 50 ml;

Cho vào mỗi bình theo thứ tự số ml dung dịch tiêu chuẩn photpho 50 mg P/l theo Bảng 1;

**Bảng 1 - Hướng dẫn pha thang chuẩn**

<b>Nồng độ dung dịch phospho (Từ 0 mg P/l đến 20 mg P/l)</b>	<b>Số ml dung dịch tiêu chuẩn 50 mg P/l cho vào mỗi bình định mức dung tích 50 ml</b>
0,0	0,0
2,0	2,0
4,0	4,0
6,0	6,0
8,0	8,0
10,0	10,0
15,0	15,0
20,0	20,0

Thêm nước và 2 giọt chỉ thị  $\alpha$  dinitrophenol (4.6), trung hoà axit dư bằng từng giọt  $\text{NH}_4\text{OH}$  10 % (4.12) đến khi dung dịch chuyển màu vàng, sau đó axit hoá bằng vài giọt  $\text{HCl}$  10 % (4.10) cho hết màu vàng;

Thêm 10 ml dung dịch  $\text{HNO}_3$  2 N (4.8) vào mỗi bình, thêm nước cất đến khoảng 40 ml;

Thêm 5 ml dung dịch vanadomolybdat (4.4) và thêm nước cất đến vạch định mức 50 ml, lắc trộn đều. Để yên 20 min cho ổn định màu;

Đo độ hấp thụ quang tại bước sóng 420 nm (hoặc 430 nm);

Lập đường chuẩn (hoặc phương trình) biểu diễn tương quan giữa độ hấp thụ quang và nồng độ dung dịch photpho tiêu chuẩn.

**7.3.2 Đo dung dịch mẫu (trong dung dịch A)**

Lấy chính xác một lượng dung dịch A có khoảng 0,2 mg P đến 1 mg P cho vào bình định mức 50 ml (lượng hút tùy theo hàm lượng phospho trong dung dịch mẫu). Các bước tiếp theo tiến hành như đo thang chuẩn;

Căn cứ vào độ hấp thụ quang và đồ thị đường chuẩn xác định được nồng độ phospho trong dung dịch đo, từ đó suy ra hàm lượng phospho trong mẫu.

**8 Tính kết quả**

8.1 Hàm lượng phospho ( $C_P$ ) tính theo phần trăm, theo công thức sau:

$$C_P(\%) = \frac{a \times V_2 \times V \times 100}{1000 \times V_1 \times m \times 1000}$$



Trong đó:

*a* Nồng độ phospho tìm được trên đường chuẩn, tính bằng mg P/l;

*m* Khối lượng mẫu cân đem chiết, tính bằng gam;

*V* Thể tích dung dịch chiết ml (500 ml dung dịch A);

*V*<sub>1</sub> Thể tích dung dịch A lấy lên màu ml;

*V*<sub>2</sub> Thể tích bình lên màu ml (50 ml);

Các hệ số quy đổi.

8.2 Hàm lượng phospho quy đổi về phần trăm P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> (*C*<sub>P<sub>2</sub>O<sub>5</sub></sub>), tính theo công thức:

$$C_{P_{2}O_{5}} (\%) = C_P (\%) \times 2,291$$

Trong đó:

2,291 hệ số quy đổi từ P sang P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>

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 5 % so với giá trị trung bình của phép thử thì phải tiến hành lại.

## 9 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.

## Phụ lục A

(Tham khảo)

### Xác định phospho hòa tan trong nước-

### Phương pháp đo "màu xanh molipden"

Phương pháp đo "màu xanh molipden" áp dụng cho mẫu có hàm lượng phospho hòa tan thấp, hoặc dung dịch sau khi chiết có màu vàng.

#### A.1 Thuốc thử:

Hỗn hợp khử và tạo màu:

**A.1.1** Dung dịch 1: Amoni molybdat 1,25 % trong H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 5 N

Cân 12,5 amoni molybdat [(NH<sub>4</sub>)<sub>6</sub>Mo<sub>7</sub>O<sub>24</sub>.4H<sub>2</sub>O] vào cốc có dung tích 1000 ml, thêm 200 ml nước nóng 60 °C, khuấy tan, để nguội (dung dịch a), nếu đục phải lọc;

Lấy 140 ml axit sunfuric (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> d = 1,84) vào cốc đã có sẵn 500 ml nước, khuấy đều (dung dịch b); Rót từ từ dung dịch b vào dung dịch a rồi thêm nước cho đủ 1000 ml, lắc trộn đều, được dung dịch 1;

**A.1.2** Dung dịch 2: Kali antimoantarat 0,06 % (khối lượng/thể tích trong nước)

**A.1.3** Dung dịch 3: Axit ascorbic 2 % (W/V trong nước) pha dùng trong ngày

**A.1.4** Hỗn hợp ba dung dịch 1, 2, 3 theo tỷ lệ 2:1:1 (theo thể tích) được hỗn hợp khử và tạo màu, sử dụng trong ngày

#### A2 Tiến hành thử

**A.2.1** Lập thang chuẩn và vẽ đồ thị đường chuẩn phospho trong khoảng nồng độ từ 0 mg P/l đến 1 mg P/l :

Pha loãng dung dịch photpho gốc nồng độ 100 ppm P thành dung dịch có nồng độ 10 ppm P;

Sử dụng 6 bình định mức dung tích 50 ml;

Cho vào mỗi bình theo thứ tự ml dung dịch tiêu chuẩn 10 mg P/l theo Bảng 2;

Thêm nước cất và 2 giọt chỉ thị α dinitrophenol, trung hoà axit dư bằng từng giọt NH<sub>4</sub>OH 10 % cho đến khi dung dịch chuyển màu vàng, sau đó axit hoá bằng vài giọt HCl 10 % cho hết màu vàng;

Thêm nước tới khoảng 30 ml cho mỗi bình;

Thêm 8 ml hỗn hợp khử tạo màu và thêm nước cất tới vạch mức, lắc trộn đều, để yên 20 min;

**Bảng A1 - Hướng dẫn pha thang chuẩn**

<b>Nồng độ dung dịch phospho (Từ 0 mg P/l đến 1 mg P/l)</b>	<b>Số ml dung dịch tiêu chuẩn 10 mg P/l cho vào mỗi bình định mức dung tích 50 ml</b>
0,0	0,0
0,2	1,0
0,4	2,0
0,6	3,0
0,8	4,0
1,0	5,0

CHÚ THÍCH 2: Thang chuẩn được lập trước khi tiến hành đo mẫu

Đo độ hấp thụ quang tại bước sóng 720 nm hoặc 820 nm (ở 20 °C màu bền 24 h);

Lập đồ thị đường chuẩn (hoặc phương trình) biểu diễn tương quan giữa độ hấp thụ quang và nồng độ dung dịch phospho tiêu chuẩn.

#### **A.2.2** Đo dung dịch mẫu:

Lấy chính xác một lượng dung dịch mẫu sau khi chiết bằng nước (7.1) có khoảng 0,01 mg P đến 0,05 mg P (tùy theo hàm lượng phospho trong mẫu) cho vào bình định mức dung tích 50 ml. Các bước tiếp theo tiến hành giống như thang tiêu chuẩn;

Đo độ hấp thụ quang tại bước sóng 720 nm hoặc 820 nm (ở 20 °C màu bền 24 h);

Căn cứ vào độ hấp thụ quang và đồ thị tiêu chuẩn xác định được nồng độ phospho trong dung dịch đo, từ đó suy ra hàm lượng phospho trong mẫu.

CHÚ THÍCH 3: Với mẫu có hàm lượng phospho hòa tan trong nước lớn hơn 0,25 % P, thì nồng độ phospho trong dung dịch A sẽ lớn hơn 0,025 mg P/ml và nồng độ phospho trong dung dịch B sẽ lớn hơn 0,01 mg P/ml, cần phải pha loãng dung dịch B rồi lấy lượng dung dịch phù hợp thang chuẩn, không nên lấy trực tiếp lượng dung dịch B nhỏ hơn 5 ml.

#### **A.3** Tính kết quả: Xem 8

**Thư mục tài liệu tham khảo**

[1] ISO 5316:1997, *Fertilizers- Extraction of water soluble phosphate*

[2] AOAC 958.01, *Phosphorus (Total) in Fertilizers- Spectrophotometric molybdovanadophosphate method*

[3] TCVN 8559:2010, *Phân bón – Phương pháp xác định photpho hữu hiệu*

---