

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN VIỆT NAM**

**TCVN 11407:2016**

Xuất bản lần 1

**PHÂN BÓN RẮN -  
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG SILIC HỮU HIỆU  
BẰNG PHƯƠNG PHÁP PHỔ HẤP THỤ PHẦN TỬ**

*Solid fertilizers -  
Determination of available silicon content by spectrophotometric method*

**HÀ NỘI - 2016**

## **Lời nói đầu**

**TCVN 11407:2016** 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 rắn - Xác định hàm lượng silic hữu hiệu bằng phương pháp phổ hấp thụ phân tử

*Solid fertilizers - Determination of available silicon content by spectrophotometric method*

### 1. Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp quang phổ hấp thụ phân tử để xác định hàm lượng silic hữu hiệu của phân bón dạng rắn.

### 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

Chiết silic hữu hiệu trong mẫu thử nghiệm bằng dung dịch natri cacbonat và amoni nitrat. Dịch chiết được xử lý bằng các axit flohydric, boric và molybdic và điều chỉnh pH từ 1,7 đến 1,8. Axit molipdisilixic được tách bằng butanol, được khử thành phức đa dị vòng có màu xanh và xác định bằng máy quang phổ ở bước sóng 635 nm.

### 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.

## TCVN 11407:2016

**4.1 Nước,** Phù hợp với quy định trong TCVN 4851:1989 (ISO 3696:1987) hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

**4.2 Natri cacbonat khan ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ).**

**4.3 Dung dịch natri cacbonat, 0,1 M**

Cân 10,598 g  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  khan (4.2) chính xác đến 0,1 mg 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 mức, lắc kỹ và bảo quản kín.

**4.4 Amoni nitrat khan ( $\text{NH}_4\text{NO}_3$ ).**

**4.5 Dung dịch amoni nitrat, 0,2 M**

Cân 16,0087 g  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  khan (4.4) chính xác đến 0,1 mg 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 mức, lắc kỹ, bảo quản kín.

**4.6 Dung dịch chuẩn silic gốc, nồng độ 1000 mg/l.**

**4.7 Dung dịch silic, nồng độ 40 mg/l**

Lấy 40 ml dung dịch chuẩn gốc silic (4.6) cho vào bình định mức dung tích 1000 ml (5.10), thêm nước đến vạch mức, lắc kỹ.

**4.8 Dung dịch silic, nồng độ 0,2 mg/l**

Lấy 50 ml dung dịch silic (4.7) cho vào bình định mức dung tích 1000 ml (5.10), thêm nước đến vạch mức, lắc kỹ.

**4.9 Amoni hydroxyt ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ), 25 %  $\text{NH}_3$ .**

**4.10 Axit boric ( $\text{H}_3\text{BO}_3$ ).**

**4.11 Dung dịch axit boric, 50 g/l**

Hòa tan 50 g  $\text{H}_3\text{BO}_3$  (4.10) trong 900 ml nước ấm trong bình định mức dung tích 1000 ml, để nguội, thêm nước đến vạch mức.

**4.12 Kali pemanganat ( $\text{KMnO}_4$ ).**

**4.13 Dung dịch kali pemanganat, 0,6 g/l**

Hòa tan 0,15 g  $\text{KMnO}_4$  (4.12) trong 200 ml nước trong bình định mức dung tích 250 ml, thêm nước đến vạch mức.

**4.14 Axit sunfuric ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ )  $d = 1,84$  g/ml.**

**4.15 Dung dịch axit sunfuric, tỷ lệ  $\text{H}_2\text{SO}_4:\text{H}_2\text{O}$  là 1:1 theo thể tích**

Lấy 500 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (4.14) cho vào cốc dung tích 1000 ml đã có sẵn 300 ml nước, khuấy đều chuyển vào bình định mức dung tích 1000 ml, thêm nước đến vạch mức, lắc kỹ và bảo quản kín.

**4.16 Dung dịch axit sunfuric, tỷ lệ  $H_2SO_4:H_2O$  là 1:9 theo thể tích**

Lấy 100 ml  $H_2SO_4$  (4.14) cho 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 mức, lắc kỹ và bảo quản kín.

**4.17 Dung dịch axit sunfuric, tỷ lệ  $H_2SO_4:H_2O$  là 1:99 theo thể tích**

Lấy 10 ml  $H_2SO_4$  (4.14) cho 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 mức, lắc kỹ và bảo quản kín.

**4.18 Amoni molipdat tetrahydrat  $[(NH_4)_6Mo_7O_{24}.4H_2O]$ .****4.19 Dung dịch axit molipdic**

Hòa tan 25 g amoni molipdat tetrahydrat (4.18) trong 200 ml dung dịch axit sunfuric (4.16) trong cốc dung tích 400 ml, thêm nước đến vạch mức 250 ml, lọc qua giấy lọc mịn trong phễu vào bình, bảo quản kín.

**4.20 Axit tataric ( $C_4H_6O_6$ ).****4.21 Dung dịch axit tataric, 200 g/l**

Cho 50 g axit tataric (4.20) vào bình định mức dung tích 250 ml đã có sẵn 200 ml nước, lắc kỹ, hòa loãng đến 250 ml bằng nước, cho vào bình nhựa, bảo quản kín.

**4.22 Axit clohydric (HCl)  $d = 1,19$  g/ml.****4.23 Thiếc Clorua ( $SnCl_2.2H_2O$ ).****4.24 Đồng Clorua ( $CuCl_2.2H_2O$ ).****4.25 Dung dịch khử thiếc clorua**

Hòa tan 2 g  $SnCl_2.2H_2O$  (4.22) và 1 mg  $CuCl_2.2H_2O$  (4.23) trong 100 ml HCl (4.21) và chứa trong bình có nút. Dung dịch được sử dụng trong 3 ngày.

**4.26 Dung dịch axit clohydric, tỷ lệ axit: nước 1: 4 theo thể tích**

Cho 100 ml HCl (4.21) vào bình định mức dung tích 500 ml đã có sẵn 300 ml nước, trộn và để nguội. Định mức đến 500 ml bằng nước và lắc kỹ.

**4.27 Axit flohydric (HF)  $d = 1,15$  g/ml.****4.28 Butanol (Butyl alcohol -  $C_4H_9OH$ ).****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, độ phân giải nhỏ hơn 2 nm.****5.2 Nồi hấp, có điều khiển nhiệt độ.**

## **TCVN 11407:2016**

**5.3 Cân phân tích, độ chính xác 0,1 mg.**

**5.4 pH mét.**

**5.5 Phễu lọc nhựa, đường kính 8 mm.**

**5.6 Giấy lọc, mịn và trung bình.**

**5.7 Bình tam giác nhựa chịu nhiệt, dung tích 50; 100; 250; 500 ml.**

**5.8 Pipet nhựa, dung tích 1; 2; 3; 5; 10 ml.**

**5.9 Phễu chiết, dung tích 250 ml.**

**5.10 Bình định mức nhựa, dung tích 50; 100; 250; 500; 1000 ml.**

**5.11 Cốc nhựa, dung tích 400; 1000 ml.**

**5.12 Thiết bị cách thủy.**

## **6 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu**

Mẫu được chuẩn bị theo TCVN 10683:2015.

## **7. Cách tiến hành**

### **7.1 Chiết mẫu**

**7.1.1** Cân khoảng 0,1 g mẫu đã được chuẩn bị theo mục 6 chính xác đến 0,1 mg cho vào bình tam giác nhựa chịu nhiệt dung tích 250 ml (5.7), cho vào 50 ml dung dịch  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  (4.3), lắc kỹ, trộn đều dung dịch, thêm vào 50 ml dung dịch  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  (4.5), lắc kỹ, trộn đều dung dịch và đậy kín.

**7.1.2** Cho bình tam giác có dung dịch (7.1.1) vào nồi hấp (5.2), duy trì ở nhiệt độ 121 °C trong 60 min.

**7.1.3** Để nguội dung dịch, lọc qua giấy lọc có tốc độ chảy trung bình, thu dịch lọc vào bình tam giác nhựa dung tích 250 ml (5.7), rửa cặn bằng nước (4.1) vài lần.

**7.1.4** Chuẩn bị đồng thời mẫu trắng không có mẫu thử, tiến hành trong điều kiện như đối với mẫu thử.

### **7.2 Xác định silic hữu hiệu**

#### **7.2.1 Chuẩn bị dung dịch chuẩn**

**7.2.1.1** Lấy 0,0; 2,5; 5,0; 7,5 và 10,0 ml dung dịch silic (4.8) vào 5 bình tam giác nhựa có nắp đậy dung tích 250 ml (5.7). Thêm 10 ml dung dịch HCl 1: 4 (4.26).

**7.2.1.2** Cho thêm 0,5 ml HF (4.27), lắc kỹ, để yên 5 min.

**7.2.1.3** Cho thêm 40 ml dung dịch axit boric (4.11), lắc kỹ và 4 ml dung dịch axit molipdic (4.19), lắc kỹ.

**7.2.1.4** Cho thêm 1 ml hoặc 2 ml dung dịch amoni hydroxyt (4.9) bằng pipet nhựa để trung hòa bớt axit.

**7.2.1.5** Dùng dung dịch amoni hydroxyt (4.9) điều chỉnh pH dung dịch đến 1,7- 1,8, kiểm tra bằng máy đo pH (5.4).

**7.2.1.6** Đậy nắp bình và đun 10 min trong nước sôi của thiết bị cách thủy (5.12). Làm lạnh trong nước ở nhiệt độ 20 °C trong 10 min.

**7.2.1.7** Cho vào 4 ml dung dịch axit tataric (4.21) và lắc kỹ.

CHÚ THÍCH 1: Dụng cụ thủy tinh có thể được sử dụng từ giai đoạn này trở đi.

**7.2.1.8** Chuyển toàn bộ dung dịch sang phễu chiết dung tích 250 ml (5.9). Rửa bình chứa hai lần bằng nước (4.1), cho dịch rửa vào phễu chiết, pha loãng dung dịch bằng nước (4.1) đến dung tích khoảng 90 ml và cho thêm 14 ml dung dịch H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (4.15), lắc kỹ, để nguội.

**7.2.1.9** Cho vào 50 ml butanol (4.28) và lắc mạnh trong 1 min. Dung dịch được phân lớp, mở van xả bỏ lớp axit bên dưới.

**7.2.1.10** Làm sạch lớp butanol bằng cách cho thêm vào phễu chiết 20 ml dung dịch H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (4.17), lắc 30 s, để phân lớp, xả bỏ lớp axit, làm tiếp tục như vậy thêm hai lần.

**7.2.1.11** Chuyển toàn bộ lớp dung dịch butanol vào bình định mức dung tích 50 ml (5.10), rửa phễu bằng butanol (4.28) hai lần (1 ml đến 2 ml), cho dịch rửa vào bình. Cho 0,5 ml dung dịch khử clorua thiếc (4.25) vào bình, cho thêm butanol (4.28) đến vạch mức, lắc kỹ.

**7.2.1.12** Hàm lượng Si có trong dung dịch chuẩn SI (7.2.1.11) tương ứng là: 0,0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 µg/50 ml.

## **7.2.2 Đo độ hấp thụ quang của dung dịch chuẩn bằng quang phổ**

**7.2.2.1** Làm đầy cuvet tham chiếu bằng butanol (4.28) và điều chỉnh máy đến điểm khởi đầu, ở bước sóng 635 nm. Đo dãy dung dịch chuẩn (7.2.1.12).

**7.2.2.2** Lập đường chuẩn giữa hàm lượng Si trong dung dịch chuẩn (µg/50 ml) và độ hấp thụ quang.

## **7.2.3 Chuẩn bị dung dịch mẫu thử nghiệm, mẫu trắng**

**7.2.3.1** Chuyển dung dịch mẫu thử nghiệm (7.1.3) vào bình định mức nhựa dung tích 250 ml (5.10). Làm đầy đến vạch mức bằng nước.

**7.2.3.2** Dùng pipet nhựa lấy 4 ml dung dịch từ 7.2.3.1 vào bình tam giác nhựa có nắp đậy dung tích 250 ml (5.7). Thêm 10 ml dung dịch HCl 1: 4 (4.26).

**7.2.3.3** Các bước tiếp theo tiến hành như 7.2.1.2 đến 7.2.1.11. Kết quả thu được dung dịch mẫu A.

**7.2.3.4** Mẫu trắng ở 7.1.4 cũng được tiến hành các bước và trong cùng điều kiện như mẫu thử. Kết quả thu được dung dịch mẫu trắng B.

## **7.2.4 Đo độ hấp thụ quang của dung dịch mẫu thử nghiệm và mẫu trắng bằng quang phổ**

Đo độ hấp thụ quang của dung dịch A (7.2.3.3) và B (7.2.3.4) được tiến hành như đo dung dịch chuẩn.

## TCVN 11407:2016

7.2.5 Căn cứ vào đường cong chuẩn, chuyển đổi độ hấp thụ quang sang nồng độ dung dịch mẫu thử và mẫu trắng ( $\mu\text{g Si}$ ).

## 8. Tính kết quả

8.1 Hàm lượng silic hữu hiệu ( $C_{\text{SiO}_2}$ ) tính theo phần trăm, theo công thức sau:

$$C_{\text{SiO}_2}(\%) = \frac{(A-B) \times 2,14}{C \times 10} \quad (1)$$

Trong đó:

- A Nồng độ Si trong 50-ml-dịch chiết butanol, tính bằng  $\mu\text{g Si}/50 \text{ ml}$  của dung dịch mẫu thử;
- B Nồng độ Si trong 50 ml dịch chiết butanol, tính bằng  $\mu\text{g Si}/50 \text{ ml}$  của dung dịch mẫu trắng;
- C Khối lượng mẫu trong 50 ml dịch chiết butanol tính bằng g;
- 2,14 Hệ số quy đổi từ Si sang  $\text{SiO}_2$ ;
- 10 Hệ số quy đổi sang phần trăm (%).

CHÚ THÍCH 2: Hàm lượng silic hữu hiệu có thể tính theo g/kg bằng cách nhân kết quả ở công thức (1) với 10.

8.2 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 10 % 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.



**Thư mục tài liệu tham khảo**

- [1] Pereira H. S., Assis M. H. S., Barbosa N. C., Komdorfer G. H. *Silicon extractors in fertilizers induced by autoclave.*
- [2] Stephen R. Miranda and Bruce Barker. *Silicon: Summary of Extraction methods.* AAPFCO Lab Service Committee, August 4, 2009.
- [3] J. I. Shultz, R. K. Bell, T. C. Rains and O. Menis. *Soluble silicon following silica dehydration by the molybdenum blue – photometric method.* Method of Analysis of NBS Clay Standard: 7- 11. Analytical Chemistry Division, Institute of Materials Research, National Bureau of Standards, Washington, D.C. 20234
-