

TCVN

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

TCVN 11405:2016

Xuất bản lần 1

**PHÂN BÓN RẮN - XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CANXI
HÒA TAN TRONG AXIT BẰNG PHƯƠNG PHÁP
PHỔ HẤP THỤ NGUYÊN TỬ NGỌN LỬA**

*Solid fertilizers -
Determination of acid soluble calcium content
by flame atomic absorption spectrometry*

HÀ NỘI - 2016

Lời nói đầu

TCVN 11405:2016 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 canxi hòa tan trong axit bằng phương pháp phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa

Solid fertilizers - Determination of acid soluble calcium content by flame atomic absorption spectrometry

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng canxi hòa tan trong axit của phân bón rắn bằng phép đo phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau đây là rất cần thiết khi 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 bản 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 9297:2012, *Phân bón - Phương pháp xác định độ ẩm*;

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

Hòa tan hợp chất chứa canxi trong mẫu phân bón bằng axit nitric và axit clohydric đậm đặc, xác định hàm lượng canxi trong dung dịch bằng phép đo phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa ở bước sóng 422,7 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.

4.1 Nước, phù hợp với TCVN 4851- 1989 (ISO 3696- 1987) hay nước có độ tinh khiết tương đương.

4.2 Axit nitric (HNO₃) đậm đặc, $d = 1,40$ g/ml.

4.3 Axit clohydric (HCl) đậm đặc, $d = 1,19$ g/ml.

4.4 Dung dịch axit clohydric (HCl) 1 %.

Lấy 22,6 ml axit clohydric (HCl) đậm đặc (4.3) hòa tan với khoảng 600 ml nước (4.1) trong bình định mức dung tích 1000 ml, lắc đều, thêm nước đến vạch mức, lắc kỹ.

4.5 Lantan clorua (LaCl₃.7H₂O).

4.6 Lantan clorua (LaCl₃), dung dịch 5 %

Cân chính xác 13,37 gam lantan clorua (4.5) hòa tan vào khoảng 60 ml dung dịch axit clohydric (HCl) 1 % (4.4) trong bình định mức dung tích 100 ml, lắc đều. Thêm dung dịch axit clohydric (HCl) 1 % (4.4) tới vạch định mức, lắc kỹ.

4.7 Dung dịch chuẩn canxi gốc, 1000 mg/l.

4.8 Dung dịch chuẩn canxi 100 mg/l

Dùng pipet lấy 10 ml dung dịch chuẩn canxi 1000 mg/l (4.7) cho vào bình định mức dung tích 100 ml, thêm khoảng 50 ml dung dịch axit clohydric HCl 1 % (4.4). Lắc đều, thêm dung dịch axit clohydric HCl 1 % (4.4) tới vạch mức, lắc kỹ.

4.9 Dãy dung dịch chuẩn canxi nồng độ từ 0 mg/l đến 10 mg/l và từ 0 mg/l đến 80 mg/l

Lập đường chuẩn của canxi trong axit clohydric 1 % (4.4) và lantan clorua 5 % (4.6) như sau:

Sử dụng 7 bình định mức dung tích 100 ml, cho vào mỗi bình thứ tự số mililit dung dịch tiêu chuẩn canxi 100 mg/l (4.8), dung dịch lantan clorua (LaCl₃) 5 % (4.6), dung dịch axit clohydric (HCl) 1 % (4.4) vừa đủ 100 ml thu được dung dịch chuẩn canxi theo bảng 1 và bảng 2.

Bảng 1 – Dãy dung dịch chuẩn canxi nồng độ từ 0 mg/l đến 10 mg/l

Số hiệu bình	S ₀	S ₁	S ₂	S ₃	S ₄	S ₅	S ₆
Thể tích dung dịch chuẩn canxi (4.8) lấy vào mỗi bình (ml)	0	1	2	4	6	8	10
Thể tích dung dịch lantan clorua 5 % thêm vào mỗi bình (ml)	10	10	10	10	10	10	10
Thể tích dung dịch axit clohydric 1 % thêm đến vạch định mức (ml)	90	89	88	86	84	82	80
Nồng độ dung dịch chuẩn canxi (mg/l)	0,00	1,00	2,00	4,00	6,00	8,00	10,00

Bảng 2 – Dãy dung dịch chuẩn canxi nồng độ từ 0 mg/l đến 80 mg/l

Số hiệu bình	S ₀	S ₁	S ₂	S ₃	S ₄	S ₅	S ₆
Thể tích dung dịch chuẩn canxi (4.8) lấy vào mỗi bình (ml)	0	5	10	20	40	60	80
Thể tích dung dịch lantan clorua 5 % thêm vào mỗi bình (ml)	10	10	10	10	10	10	10
Thể tích dung dịch axit clohydric 1 % thêm đến vạch định mức (ml)	90	85	80	70	50	30	10
Nồng độ dung dịch chuẩn canxi (mg/l)	0,0	5,0	10,0	20,0	40,0	60,0	80,0

CHÚ THÍCH 1: Dung dịch tiêu chuẩn canxi bảo quản trong tủ lạnh có thể sử dụng trong một tuần.

5 Thiết bị và 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 Cân phân tích, có độ chính xác đến 0,1 mg.

5.2 Bếp điện.

5.3 Máy quang phổ hấp thụ nguyên tử, đèn HCL Ca.

5.4 Bình tam giác, dung tích 100 ml.

5.5 Bình định mức, dung tích 100; 1000 ml.

5.6 Phễu lọc, đường kính từ 6 cm đến 10 cm.

5.7 Pipet, dung tích 1; 2; 5; 10; 30 ml, có độ chính xác từ 0,01 đến 0,1 ml.

5.8 Giấy lọc chậm, có đường kính lỗ 2,5 µm.

6 Chuẩn bị mẫu thử

Mẫu được chuẩn bị theo TCVN 10683:2015.

7 Cách tiến hành

7.1 Hòa tan mẫu

TCVN 11405:2016

7.1.1 Cân khoảng 1,0 g mẫu đã được chuẩn bị theo mục 6, chính xác đến 0,1 mg, và cho vào bình tam giác dung tích 100 ml (5.4), thêm vào 12 ml HNO₃ (4.2) và 4 ml HCl (4.3), đun sôi 30 min, để nguội, chuyển toàn bộ dung dịch sang bình định mức dung tích 100 ml (5.5), thêm nước (4.1) đến vạch mức, lắc đều và lọc.

7.1.2 Pha loãng dung dịch mẫu thử đến mức độ cần thiết, sao cho nồng độ của dung dịch mẫu nằm trong giới hạn của đường chuẩn. Đây là dung dịch "A".

7.1.3 Để xác định canxi, cần thêm dung dịch lantan clorua (LaCl₃) 5 % (4.6) vào dung dịch "A" trước khi đo với tỉ lệ dung dịch lantan clorua (LaCl₃) 5 % (4.6) và dung dịch "A" là 1:9 theo thể tích.

7.1.4 Chuẩn bị đồng thời mẫu trắng không có mẫu thử, tiến hành các bước tương tự như đối với mẫu thử.

7.2 Xác định hàm lượng canxi bằng phép đo phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa

7.2.1 Thiết lập các điều kiện làm việc tối ưu cho thiết bị theo hướng dẫn của nhà sản xuất.

7.2.2 Xác định canxi trong mẫu bằng phép đo phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa

Đo dãy dung dịch chuẩn canxi để xây dựng đường chuẩn và đo nồng độ canxi trong mẫu trên máy quang phổ hấp thụ nguyên tử tại bước sóng 422,7 nm, sử dụng ngọn lửa axetylen/không khí, các thông số làm việc tuân theo hướng dẫn của nhà sản xuất.

8 Tính kết quả

8.1 Hàm lượng canxi ($C_{Ca(tp)}$) trong mẫu phân bón thương phẩm, tính bằng mg/kg, theo công thức (1)

$$C_{Ca(tp)} = \frac{(a-b) \times f \times V}{m} \quad (1)$$

trong đó

- a là nồng độ của canxi trong dung dịch mẫu, tính bằng miligam trên lít (mg/l);
- b là nồng độ của canxi trong dung dịch mẫu trắng, tính bằng miligam trên lít (mg/l);
- f là hệ số pha loãng;
- V là thể tích dung dịch định mức của mẫu, tính bằng millilit (ml);
- m là khối lượng mẫu cân, tính bằng gam (g);

CHÚ THÍCH 2: Nếu tính hàm lượng Ca theo đơn vị g/kg thì chia kết quả (1) cho 1000.

8.2 Hàm lượng canxi ($C_{Ca(kk)}$) trong mẫu phân bón khô kiệt, tính bằng mg/kg hay g/kg, theo công thức (2)

$$C_{Ca(kk)} = C_{Ca(tp)} \times k \quad (2)$$

trong đó

k là hệ số khô kiệt của mẫu (theo TCVN 9297:2012).

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 10 % 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 những điều 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] AOAC 945.03, *Calcium (Acid-Soluble) in Fertilizers*

[2] AOAC 945.04, *Calcium (Acid Soluble) in Fertilizers*

[3] AOAC 965.09, *Nutrient (Minor) in Fertilizers*
