

TCVN 9290:2012

Xuất bản lần 1

PHÂN BÓN – XÁC ĐỊNH CHỈ TỔNG SÓ BẰNG  
PHƯƠNG PHÁP PHỔ HẤP THỤ NGUYÊN TỬ NGỌN LỬA  
VÀ NHIỆT ĐIỆN (KHÔNG NGỌN LỬA)

*Fertilizers – Determination of total lead by flame and electrothermal atomic  
absorption spectrometry*

## **Lời nói đầu**

**TCVN 9290:2012** được chuyển đổi từ **10TCN 813-2006** theo quy định tại khoản 1 Điều 69 của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật và điểm a khoản 2 Điều 7 Nghị định số 127/2007/NĐ-CP ngày 1/8/2007 của Chính phủ quy định chi tiết thi hành một số điều của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật.

**TCVN 9290:2012** do Viện Quy hoạch và Thiết kế Nông nghiệp 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 chì tổng số bằng phương pháp phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa và nhiệt điện (không ngọn lửa)

*Fertilizers – Determination of total lead by flame and electrothermal atomic absorption spectrometry*

### 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định hai phương pháp xác định hàm lượng chì tổng số trong phân bón, bao gồm:

- Phương pháp phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa;
- Phương pháp phổ hấp thụ nguyên tử nhiệt điện (không 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 (ISO 3696), *Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử.*

### 3 Nguyên tắc

Phân hủy và chuyển hóa chì trong mẫu phân bón bằng hỗn hợp axit nitric và axit clohydric đậm đặc, xác định hàm lượng chì trong dung dịch bằng phép đo phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa.

### 4 Hóa chất và thuốc thử

Khi phân tích, ngoại trừ trường hợp có chỉ dẫn riêng, chỉ sử dụng các hóa chất, thuốc thử có cấp độ tinh khiết phân tích và nước cất phù hợp với TCVN 4851 (ISO 3696).

## TCVN 9290:2012

**4.1 Axit nitric ( $\text{HNO}_3$ ) đậm đặc, ( $d = 1,40$ ).**

**4.2 Axit clohydric ( $\text{HCl}$ ) đậm đặc, ( $d = 1,19$ ).**

**4.3 Axit pecloric ( $\text{HClO}_4$ ) đậm đặc, ( $d=1,54$ ).**

**4.4 Dung dịch axit clohydric ( $\text{HCl}$ ) 1 %**

Lấy 22,6 ml axit clohydric ( $\text{HCl}$ ) đậm đặc (4.2) hòa tan với khoảng 600 ml nước trong bình định mức dung tích 1000 ml. Lắc đều. Định mức 1000 ml bằng nước cất.

**4.5 Dung dịch axit clohydric ( $\text{HCl}$ ) 10 %**

Lấy 226 ml axit clohydric ( $\text{HCl}$ ) đậm đặc (4.2) hòa tan vào khoảng 500 ml nước trong bình định mức dung tích 1000 ml. Khuấy đều. Định mức 1000 ml bằng nước cất.

**4.6 Dung dịch phân hủy mẫu**

Pha hỗn hợp axit nitric ( $\text{HNO}_3$ ) đậm đặc (4.1) và axit clohydric ( $\text{HCl}$ ) đậm đặc (4.2) theo tỷ lệ 1:3 theo thể tích (*pha ngay trước khi sử dụng*).

**4.7 Dung dịch tiêu chuẩn chì 1000 mg/l.**

**4.8 Dung dịch tiêu chuẩn chì 100 mg/l**

Dùng pipet lấy 10 ml dung dịch tiêu chuẩn chì 1000 mg/l (4.7) cho vào bình định mức dung tích 100 ml, thêm dung dịch axit clohydric ( $\text{HCl}$ ) 1 % (4.4) tới vạch định mức, lắc đều, thu được dung dịch tiêu chuẩn chì 100 mg/l.

**4.9 Dung dịch tiêu chuẩn chì 10 mg/l.**

Dùng pipet lấy 10 ml dung dịch tiêu chuẩn chì 100 mg/l (4.8) cho vào bình định mức dung tích 100 ml, thêm dung dịch axit clohydric ( $\text{HCl}$ ) 1 % (4.4) tới vạch định mức, lắc đều, thu được dung dịch tiêu chuẩn chì 10 mg/l.

**4.10 Dung dịch tiêu chuẩn chì 0,5 mg/l.**

Dùng pipet lấy 5 ml dung dịch tiêu chuẩn chì 10 mg/l (4.9) cho vào bình định mức dung tích 100 ml, thêm dung dịch axit clohydric ( $\text{HCl}$ ) 1 % (4.4) tới vạch định mức, lắc đều, thu được dung dịch tiêu chuẩn chì 0,5 mg/l.

**4.11 Dây dung dịch tiêu chuẩn chì nồng độ từ 0 mg/l đến 5 mg/l**

Sử dụng bảy bình định mức dung tích 100 ml, cho vào mỗi bình thứ tự số mililit dung dịch tiêu chuẩn chì 10 mg/l (4.9), dung dịch axit clohydric ( $\text{HCl}$ ) 1 % (4.4) vừa đủ 100 ml, thu được dãy dung dịch tiêu chuẩn chì (xem Bảng 1).

Bảng 1 – Dãy dung dịch tiêu chuẩn chì nồng độ từ 0 mg/l đến 5 mg/l

Số hiệu bình	S0	S1	S2	S3	S4	S5	S6
Thể tích dung dịch tiêu chuẩn chì (4.9) lấy vào mỗi bình (ml)	0	5	10	20	30	40	50
Thể tích dung dịch axit clohydric 1 % thêm đến vạch định mức (ml)	100	95	90	80	70	60	50
Nồng độ dung dịch tiêu chuẩn chì thu được (mg/l)	0,00	0,50	1,00	2,00	3,00	4,00	5,00

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

#### 4.12 Dãy dung dịch tiêu chuẩn chì nồng độ từ 0 mg/l đến 0,050 mg/l

Sử dụng bảy bình định mức dung tích 100 ml, cho vào mỗi bình thứ tự số mililit dung dịch tiêu chuẩn chì 0,5 mg/l (4.10), dung dịch axit clohydric (HCl) 1 % (4.4) vừa đủ 100 ml, thu được dãy dung dịch tiêu chuẩn chì (xem Bảng 2)

Bảng 2 – Dãy dung dịch tiêu chuẩn chì nồng độ từ 0 mg/l đến 0,050 mg/l

Số hiệu bình	S0	S1	S2	S3	S4	S5	S6
Thể tích dung dịch tiêu chuẩn chì (4.10) lấy vào mỗi bình (ml)	0	1	2	4	6	8	10
Thể tích dung dịch axit clohydric 1 % thêm đến vạch định mức (ml)	100	99	98	96	94	92	90
Nồng độ dung dịch tiêu chuẩn chì thu được (mg/l)	0,00	0,005	0,010	0,020	0,030	0,040	0,050

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

## 5 Thiết bị và dụng cụ

- 5.1 Cân phân tích, có độ chính xác đến  $\pm 0,0001$  g.
- 5.2 Cân kỹ thuật, có độ chính xác đến  $\pm 0,01$  g.
- 5.3 Thiết bị phân hủy mẫu có bộ phận điều chỉnh nhiệt độ.
- 5.4 Máy quang phổ hấp thụ nguyên tử, đèn HCL Cu.
- 5.5 Bình tam giác, dung tích 100 ml và 250 ml.

## **TCVN 9290:2012**

- 5.6 Bình định mức, dung tích 50 ml, 100 ml và 1000 ml.**
- 5.8 Phễu lọc, đường kính từ 6 cm đến 10 cm.**
- 5.9 Pipet, dung tích 1 ml, 2 ml, 5 ml, 10 ml, có độ chính xác từ 0,01 đến 0,1 ml.**
- 5.10 Cốc, dung tích 1000 ml.**
- 5.11 Giấy lọc chậm, giấy lọc băng xanh, giấy lọc Whatman số 42 hoặc tương đương.**
- 5.12 Bình phân hủy mẫu, dung tích 100 ml.**
- 5.13 Rây, có đường kính lỗ 2,0 mm.**
- 5.14 Ống đong, dung tích 250 ml.**

## **6 Chuẩn bị mẫu thử**

Sau khi được đưa đến phòng thí nghiệm, mẫu phân bón được trộn đều, lấy mẫu theo phương pháp đường chéo cho đến khi thu được khối lượng mẫu khoảng 200 g. Tiếp tục trộn đều và chỉ nhất mẫu, chia đôi mẫu thành mẫu lưu và mẫu phân tích.

Mẫu phân tích được nghiền sơ bộ và rây qua rây có đường kính lỗ 2,0 mm. Mẫu đã qua rây được dùng để phân tích độ ẩm, tính hệ số khô kiệt và dùng để phân tích các chỉ tiêu khác.

## **7 Cách tiến hành**

### **7.1 Phân hủy mẫu**

**7.1.1** Cân khoảng 0,5 g đến 2 g mẫu đã được chuẩn bị (Điều 6), chính xác đến 0,0001 g, và cho vào bình phân hủy mẫu (5.12) (không để mẫu dính ở cổ và thành bình). Đối với mẫu dạng lỏng, dùng pipet hút 2 ml đến 3 ml dung dịch mẫu đã được lắc đều, sau đó tiến hành tương tự như đối với mẫu rắn.

**7.1.2** Cho 15 ml hỗn hợp dung dịch phân hủy mẫu (4.6) vào bình phân hủy mẫu (5.12), ngâm ít nhất trong 4 h.

**7.1.3** Đặt bình phân hủy mẫu lên thiết bị phân hủy mẫu (5.3), lãng nhiệt độ từ từ đến 120 °C, đun sôi nhẹ khoảng 60 min.

**7.1.4** Thận trọng tăng nhiệt độ lên không lớn hơn 200 °C, duy trì khoảng 180 min, trong bình xuất hiện khói đậm đặc, tiếp tục cô cạn mẫu.

**7.1.5** Để nguội, hòa tan phần mẫu đã vô cơ hóa với 5 ml dung dịch axit clohydric (HCl) 10 % (4.5), sau đó đun sôi 5 min.

**7.1.6** Đổ nguội, chuyển toàn bộ dung dịch và cặn từ bình phân huỷ sang bình định mức dung tích 50 ml, thêm nước cất đến vạch định mức, lắc đều, lọc hoặc để lắng qua đêm. Đây là dung dịch "A" để xác định chỉ bằng phép đo phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa. Trường hợp hàm lượng chì trong mẫu thấp, cần pha loãng dung dịch "A" 10 lần sẽ thu được dung dịch "B", dùng để xác định chỉ bằng phép đo phổ hấp thụ nguyên tử không ngọn lửa (dùng lò graphit).

**7.1.7** Chuẩn bị chỉ thời mẫu trắng không có phân bón, tiến hành tương tự như mẫu phân tích.

#### CHÚ THÍCH:

Tuỳ theo kiểu loại thiết bị phân huỷ, hàm lượng chì trong mẫu cao hay thấp, có thể giảm lượng dung dịch phân huỷ mẫu (4.6) và thời gian ngâm mẫu, thời gian phân huỷ tới mức tối thiểu. Trường hợp dung dịch mẫu sau khi phân huỷ không "trong" cần làm nguội mẫu rồi thêm vài giọt axit pecloric (4.3), phân huỷ tiếp khoảng 30 min.

Theo dõi thường xuyên quá trình phân huỷ mẫu, không để trào bắn mẫu ra ngoài và không để khô mẫu (nếu thiếu axit phải cho thêm, nhưng không cho quá dư).

### **7.2 Xác định hàm lượng chì bằng phép đo phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa (đối với mẫu có hàm lượng chì cao)**

**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 chỉ trong mẫu bằng phép đo phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa

Đo dãy dung dịch tiêu chuẩn chì (Bảng 1) để xây dựng đường chuẩn chì và đo nồng độ chì trong mẫu trên máy quang phổ hấp thụ nguyên tử tại bước sóng 283,3 nm, sử dụng ngọn lửa axetylen/không khí, các thông số làm việc tuân theo hướng dẫn của nhà sản xuất.

### **7.3 Xác định hàm lượng chì bằng phép đo phổ hấp thụ nguyên tử không ngọn lửa (đối với mẫu có hàm lượng chì thấp)**

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

**7.3.2** Xác định chỉ trong mẫu bằng phép đo phổ hấp thụ nguyên tử không ngọn lửa

Đo dãy dung dịch tiêu chuẩn chì (Bảng 2) để xây dựng đường chuẩn chì và đo nồng độ chì trong mẫu trên máy quang phổ hấp thụ nguyên tử lò graphit tại bước sóng 283,3 nm, khí làm sạch là khí argon hoặc khí nitơ, các thông số làm việc tuân theo hướng dẫn của nhà sản xuất.

## **8 Biểu thị kết quả**

**8.1** Hàm lượng chì ( $X$ ) trong mẫu phân bón thương phẩm, tính bằng mg/kg, theo công thức (1)

$$X = \frac{(a - b) \times f \times V}{m \times 10^4} \quad (1)$$

## TCVN 9290:2012

trong đó

- a* là nồng độ của chì trong dung dịch mẫu, tính bằng miligam trên lit (mg/l);
- b* là nồng độ của chì trong dung dịch mẫu trắng, tính bằng miligam trên lit (mg/l);
- f* là hệ số pha loãng;
- V* là thể tích dung dịch định mức của mẫu (hoặc mẫu trắng) sau khi phân hủy, tính bằng mililit (ml);
- m* là khối lượng mẫu cân tính bằng gam (g);
- $10^4$  là hệ số chuyển đổi đơn vị.

8.2 Hàm lượng (*X*) chì trong mẫu phân bón khô kiệt, tính bằng mg/kg, theo công thức (2)

$$X = \frac{(a - b) \times f \times V \times k}{m \times 10^4} \quad (2)$$

trong đó

- a* là nồng độ của chì trong dung dịch mẫu, tính bằng miligam trên lit (mg/l);
- b* là nồng độ của chì trong dung dịch mẫu trắng, tính bằng miligam trên lit (mg/l);
- f* là hệ số pha loãng;
- V* là thể tích dung dịch định mức của mẫu (hoặc mẫu trắng) sau khi phân hủy, tính bằng mililit (ml);
- m* là khối lượng mẫu cân tính bằng gam (g);
- $10^4$  là hệ số chuyển đổi đơn vị;
- k* là hệ số khô kiệt của mẫu.

CHÚ THÍCH: Đối với mẫu lỏng, hàm lượng chì trong mẫu được tính theo đơn vị mg/l; khi đó thay khối lượng mẫu cân (g) bằng thể tích mẫu hút (ml).

Kết quả phép thử là giá trị trung bình các kết quả của ít nhất hai lần thử được tiến hành chỉ thời. Nếu sai lệch giữa các lần thử lớn so với giá trị trung bình của phép thử hơn 10 % giá trị tương đối thì phải tiến hành lại phép thử.

## 9 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm 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.
-