

**TCVN**

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

**TCVN 9288 : 2012**

Xuất bản lần 1

**PHÂN BÓN - XÁC ĐỊNH  
MANGAN TỔNG SỐ BẰNG PHƯƠNG PHÁP PHỔ HẤP  
THỤ NGUYÊN TỬ NGỌN LỬA**

*Fertilizers – Method for determination of total manganese by flame atomic  
absorption spectrometry*

HÀ NỘI – 2012

## Lời nói đầu

**TCVN 9288 : 2012** được chuyển đổi từ **10 TCN 810 -2006** theo quy định tại khoản 1 Điều 69 của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật và điểm b khoản 2 Điều 7 Nghị định số 127/2007/NĐ-CP ngày 1/8/2007 của Chính phủ qui định chi tiết thi hành một số điều của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật.

**TCVN 9288 : 2012** 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 mangan tổng số bằng phương pháp phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa

*Fertilizers – Method for determination of total manganese by flame atomic absorption spectrometry*

### 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này áp dụng để xác định hàm lượng mangan tổng số trong các loại phân bón 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 cho phòng thí nghiệm phân tích – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử.*

TCVN 5815:2001, *Phân hỗn hợp NPK – Phương pháp thử.*

### 3 Nguyên tắc

Chuyển hóa các hợp chất chứa mangan trong mẫu phân bón về dạng ion hòa tan. Sau đó xác định hàm lượng mangan 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

## **TCVN 9288 : 2012**

toàn bằng thủy tinh, phù hợp với loại 2 của TCVN 4851 (ISO 3696) hoặc nước có cấp tinh khiết tương đương.

### **4.1 Axit clohydric (HCl), 37 %; khối lượng riêng d ~ 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 ~ 1,42 g/ml**

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

### **4.3 Mangan (Mn), dạng kim loại nguyên chất (độ tinh khiết tối thiểu là 99,5 %).**

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

### **4.5 Dung dịch axit clohydric, pha loãng 1 / 1 (V/V).**

Thêm 500 ml axit clohydric (4.1) vào bình định mức có dung tích 1 000 ml đã chứa sẵn 400 ml nước cất, làm nguội và thêm nước đến vạch mức, lắc đều.

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

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

### **4.7 Dung dịch axit clohydric 1 %, pha loãng từ dung dịch (4.6).**

### **4.8 Axit sunfuric, 98% khối lượng riêng d ~ 1,84 g/ml**

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

### **4.9 Dung dịch axit sunfuric, pha loãng 1/9 (V/V)**

Thêm từ từ 100 ml axit sunfuric (4.8) vào 700 ml nước có sẵn trong cốc chịu nhiệt, đồng thời khuấy nhẹ, để nguội, dồn dung dịch vào bình định mức có dung tích 1 000 ml và định mức đến vạch, lắc đều.

### **4.10 Axêton**

### **4.11 Dung dịch tiêu chuẩn mangan gốc tương ứng với nồng độ mangan 1 000 mg/l**

#### **4.11.1 Dung dịch tiêu chuẩn mangan gốc 1 000 mg/l có sẵn của các nhà sản xuất**

#### **4.11.2 Cách pha từ mangan kim loại**

Làm sạch mangan kim loại bằng cách cho vào vài gam mangan điện phân (độ tinh khiết tối thiểu là 99,5 %) vào cốc thủy tinh chịu nhiệt có dung tích 250 ml đã chứa sẵn 150 ml axit sunfuric loãng (4.9). Khuấy và để cho mangan lắng xuống trong vài phút. Gạn rửa vài lần bằng nước, cuối cùng rửa bằng axêton (4.10). Gạn axêton dư, làm khô kim loại trong 2 min ở 105 °C và để nguội trong bình hút ẩm. Cân 1,0000 g mangan (4.3) đã được làm sạch chính xác đến  $\pm 0,0001$  g rồi hòa tan bằng 20 ml axit clohydric (4.1) và 20 ml axit nitric (4.2) trong cốc thủy tinh chịu nhiệt 250 ml có đậy nắp. Sau đó thêm 100 ml nước. Đun sôi nhẹ đến bốc khói nitơ ôxit, làm nguội, chuyển vào bình định mức có dung tích 1000 ml và thêm nước đến vạch mức, lắc đều.

**4.12 Dung dịch tiêu chuẩn mangan tương ứng với nồng độ mangan 50 mg/l**

Dùng pipet lấy 50,00 ml dung dịch tiêu chuẩn mangan gốc (4.11) cho vào bình định mức có dung tích 1 000 ml. Thêm 20 ml axit clohydric đặc (4.5) 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, có dung tích 50; 100; 250 ml.**

**5.2 Bình định mức, có dung tích 50; 100; 200; 500; 1 000 ml.**

**5.3 Pipet, có dung tích 1; 2; 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 Cốc chịu nhiệt, có dung tích 100; 250; 500 ml.**

**CHÚ THÍCH:**

1 ) Tất cả các bình thủy tinh phải được làm sạch cẩn thận trước khi xác định nguyên tố vết (có thể bằng cách ngâm trong dung dịch axit clohydric 5% (V/V) trong ít nhất là 6 h, sau đó xúc rửa bằng nước và tráng lại bằng nước cất trước khi dùng.

2 ) Để thuận lợi nên giữ riêng những bộ thủy tinh cho những phép xác định dành cho tiêu chuẩn này nhằm giảm khả năng bị nhiễm bẩn trong phòng thí nghiệm.

**5.7 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 mangan 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).**

**6 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu****6.1 Phân bón dạng rắn**

Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu theo TCVN 5815: 2001

**6.2 Phân bón dạng lỏng**

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

**6.2.2 Dạng mẫu lỏng sền sệt : mẫu lấy ban đầu ít nhất phải lớn hơn 200 g, trước khi lấy mẫu để tiến hành phép thử, mẫu phải được trộn đều, cân mẫu bằng dụng cụ cân mẫu ướt.**

## 7 Cách tiến hành

### 7.1 Phân hủy mẫu

#### 7.1.1 Với các mẫu phân bón dạng rắn

7.1.1.1 Cân khoảng 2,000 g mẫu bằng cân (5.4) có độ chính xác  $\pm 0,001$  g cho vào bình phân hủy. Thêm 15 ml hỗn hợp cường thủy (4.4) để qua đêm hoặc ngâm 4 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 (4.6) lắc cho tan. Chuyển toàn bộ mẫu đã phân hủy sang bình định mức 100 ml thêm nước và định mức đến vạch (V). Lọc bỏ cặn trước khi thực hiện phép đo.

#### 7.1.2 Với các mẫu phân bón dạng lỏng

Dùng pipet (5.1.3) lấy 2,00 ml mẫu (6.2.1) hoặc cân khoảng 2,000 g mẫu (6.2.2) cho vào bình phân hủy. Thêm 15 ml hỗn hợp cường thủy (4.4), đun sôi nhẹ trong 1 h, tiếp tục thực hiện như (7.1.1.3).

CHÚ THÍCH:

- 1) Phải tiến hành đồng thời hai mẫu trắng cùng điều kiện phân hủy với mẫu thử.
- 2) 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.
- 3) Với mẫu phân bón dạng lỏng, cần tiến hành cân nhắc lại thể tích lấy mẫu để đưa vào công thức tính toán.

### 7.2 Chuẩn bị các dung dịch tiêu chuẩn

Chuẩn bị các dung dịch tiêu chuẩn tùy theo khuyến cáo của các hãng sản xuất.

Dùng pipet (5.3) lấy 1,00; 2,00; 3,00; 4,00; 5,00 ml dung dịch tiêu chuẩn mangan (4.12) cho vào một loạt bình định mức có dung tích 50 ml, thêm dung dịch axit clohydric (4.7), trộn đều và định mức đến vạch mức. Các dung dịch này tương ứng với các nồng độ mangan là 1,00; 2,00; 3,00; 4,00; 5,00 mg/l.

CHÚ THÍCH:

- 1) Silic sẽ làm giảm tín hiệu đo của mangan để loại trừ ảnh hưởng này trong một số tài liệu khuyến cáo dùng canxiclorua 2 % ( $\text{CaCl}_2$ ) làm chất phụ gia.
- 2) Trong mỗi đợt xác định cần chuẩn bị dung dịch tiêu chuẩn mangan (7.2) ít nhất là năm điểm, bao trùm trong khoảng xác định của nguyên tố. Các dung dịch tiêu chuẩn mới cần phải chuẩn bị lại ít nhất là hàng tháng.
- 3) Mẫu tiêu chuẩn để kiểm tra ứng với khoảng xác định của nguyên tố tùy thuộc vào khuyến cáo từng máy.

### 7.3 Tối ưu hóa các điều kiện đo

#### 7.3.1 Chọn kỹ thuật đo mẫu (đo ngọn lửa)

7.3.2 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/ axêtylen).

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

7.3.4 Tối ưu hóa chiều cao đèn đốt và những điều kiện của ngọn lửa. Sao cho độ hấp phụ 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 mangan ở bước sóng 279,5 nm là 2,50 mg/l đạt khoảng 0,200 abs là thích hợp.

#### 7.4 Lập đường chuẩn

Lập đồ thị xác định mangan 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 Đo dung dịch mẫu thử trắng ghi số đọc kết quả trên máy ( $D_t$ ).

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

CHÚ THÍCH:

- 1 ) Số đọc của các dung dịch ở trên máy được lập lại ít nhất ba lần.
- 2 ) Giữa mỗi lần đo phải rửa ống hút mẫu để tránh nhiễm bẩn đến các mẫu thử.
- 3 ) 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 (4.7).
- 4 ) 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.
- 5 ) Trong suốt quá trình đo mẫu thử cần luôn luôn kiểm tra độ hấp phụ của mẫu hiệu chuẩn.

### 8 Tính kết quả

8.1 Hàm lượng mangan trong mẫu phân bón thương phẩm được tính theo công thức sau:

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

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.

## TCVN 9288 : 2012

8.2 Hàm lượng mangan trong mẫu phân bón khô kiệt được tính theo công thức sau:

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

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 .

## 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 xác định mangan ;
  - d) Những chi tiết 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.
-