

TCVN 10680:2015

Xuất bản lần 1

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

*Fertilizers – Determination of water - soluble boron content
by spectrophotometric method*

HÀ NỘI - 2015

Lời nói đầu

TCVN 10680:2015 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 – Xác định hàm lượng bo hòa tan trong nước – Phương pháp quang phổ

Fertilizers – Determination of water- soluble boron content by spectrophotometric method

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định hàm lượng bo hòa tan trong nước trong các loại phân bón bằng phép đo 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

Bo hòa tan trong nước ở nhiệt độ sôi tham gia phản ứng với azomethin H trong dung dịch đệm tạo ra hỗn hợp có màu vàng, hàm lượng bo trong dịch chiết được xác định trên máy quang phổ ở bước sóng 420 nm.

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.

TCVN 10680:2015

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).

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

4.3 Axit clohydric, (HCl) 1 %

Lấy 22,6 ml axit clohydric (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.

4.4 Chất hiện màu azomethin H

Hoàn tan 0,9 g azomethin H và 2,0 g axit ascorbic trong 100 ml nước. Bảo quản hỗn hợp trong tủ lạnh và sử dụng trong vòng 14 ngày.

4.5 Dung dịch bo

4.5.1 Dung dịch gốc nồng độ 100 mg B/l

Hòa tan 0,5716 g axit boric vào trong nước và pha loãng đến 1 l với nước. Trộn đều và chuyển sang bình nhựa.

4.5.2 Dung dịch tiêu chuẩn có nồng độ 0; 5; 10; 15; 20; 25; 30; 45 mg B/l

Dùng pipet lấy 0; 5; 10; 15; 20; 25; 30; 45 ml dung dịch gốc (4.5.1) cho vào bình định mức có dung tích 100 ml, lên định mức đến vạch bằng dung dịch HCl nồng độ 1 % (khối lượng/thể tích), trộn đều và chuyển sang bình nhựa. Dung dịch này có độ ổn định cao.

4.6 Dung dịch axit axetic 10 %

Hòa tan 100 g axit axetic trong nước và hòa loãng đến 1 l bằng nước.

4.7 Dung dịch đệm

Hòa tan 140 g amoni axetat, 10 g kali axetat, 4 g axit nitrilotriaxetic (nitrilotriacetic acid), muối 2 natri (disodium salt) 99+ %, 10 g (ethylenedinitrilo) tetraaxetic axit, và 350 ml 10 % axit axetic (theo thể tích) trong nước và hòa loãng đến 1 l bằng nước. Dung dịch ổn định.

4.8 Hỗn hợp tạo màu

Cho 35 ml chất hiện màu azomethin H và 75 ml dung dịch đệm (4.7) vào bình định mức dung tích 250 ml (5.7) và hòa loãng bằng nước đến vạch. Dung dịch được chuẩn bị hàng ngày.

5 Thiết bị, dụng cụ

Sử dụng các thiết bị, dụng cụ thông thường trong phòng thí nghiệm bằng nhựa và các thiết bị, dụng cụ như sau:

5.1 Máy quang phổ, có bước sóng từ 400 nm đến 800 nm

5.2 Pipet chính xác, dung tích 0,1 ml.

5.3 Pipet tự động, dung tích 5 ml.

5.4 Tủ sấy, nhiệt độ $120^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$.

5.5 Bếp điện.

5.6 Cân phân tích, độ chính xác 0,0002 g.

5.7 Bình định mức, dung tích 100; 250; 1000 ml.

5.8 Rây, đường kính lỗ 2 mm.

5.9 Bình tam giác, dung tích 10; 250 ml

5.10 Giấy lọc, Whatman số 40 hay tương đương

6 Chuẩn bị mẫu

6.1 Phân bón dạng rắn: Chuẩn bị mẫu theo TCVN 10683:2015

6.2 Phân bón dạng lỏng

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

6.2.2 Dạng lỏng sền sệt: Mẫu lấy ban đầu không ít hơn 200 g, trước khi lấy mẫu để tiến hành phép thử, mẫu phải được trộn đều.

7 Cách tiến hành

7.1 Chiết mẫu

7.1.1 Mẫu phân bón dạng rắn

Cân khoảng 2 g mẫu thử chính xác đến 0,001 g đã được chuẩn bị theo (6.1.3), (6.1.4) hoặc (6.1.5) cho vào bình tam giác dung tích 250 ml, cho thêm 50 ml nước (4.1) và đun sôi 10 min.

7.1.2 Mẫu phân bón dạng lỏng

7.1.2.1 Mẫu thử ở dạng dung dịch (6.2.1): Dùng pipet (5.3) lấy 2,00 ml mẫu và cân mẫu chính xác đến 0,001 g để xác định khối lượng (g), cho vào bình tam giác dung tích 250 ml, thêm 50 ml nước (4.1) và đun sôi 10 min.

7.1.2.1 Mẫu thử ở dạng sền sệt (6.2.2): Cân khoảng 2 g mẫu chính xác đến 0,001 g cho vào bình tam giác dung tích 250 ml, thêm 50 ml nước (4.1) và đun sôi 10 min.

7.1.3 Lọc nóng qua giấy lọc (5.10) vào bình định mức có dung tích 100 ml.

7.1.4 Rửa cặn trên giấy lọc 6 lần bằng nước cất nóng đun sôi cho đến khi thể tích dung dịch trong bình đạt tới 95 ml. Để nguội và cho 1,0 ml HCl (4.2), lên định mức bằng nước (4.1) đến vạch và trộn kỹ.

7.1.5 Hòa loãng dung dịch mẫu thử đến mức độ cần thiết, sao cho màu của dung dịch mẫu nằm trong giới hạn của đường chuẩn.

7.2 Xác định bo trên máy quang phổ

7.2.1 Dùng pipet lấy 0,1 ml dung dịch của dãy dung dịch tiêu chuẩn (4.5.2) và 0,1 ml của dung dịch mẫu thử vào các bình tam giác có dung tích 10 ml.

7.2.2 Cho 5 ml hỗn hợp tạo màu (4.8) bằng pipet tự động và để 1 h ở điều kiện nhiệt độ trong phòng.

7.2.3 Cho nước (4.1) vào cuvet 1 cm và đọc điểm A ở bước sóng 420 nm đối với nước. Điều chỉnh số đọc mẫu trắng không có bo (mẫu chuẩn 0 mg/l).

7.2.4 Lập đường chuẩn biểu diễn tương quan giữa độ hấp thụ quang và nồng độ dung dịch.

7.2.5 Xác định nồng độ dung dịch thử thông qua đường chuẩn.

8 Tính kết quả

8.1 Hàm lượng C_B (mg/kg) được tính theo công thức sau:

$$C_B \text{ (mg / kg)} = \frac{a \times F}{m} \quad (1)$$

Trong đó:

a là nồng độ mẫu thử được xác định từ đường chuẩn, tính bằng mg/l;

F là số pha loãng;

m là khối lượng mẫu thử, tính bằng g.

8.2 Hàm lượng C_B (%) được tính theo công thức sau:

$$C_B \text{ (%) } = \frac{a \times F}{10.000 \times m} \quad (2)$$

Trong đó:

a là nồng độ mẫu thử được xác định từ đường chuẩn, tính bằng mg/l;

F là số pha loãng;

m là khối lượng mẫu thử, tính bằng g.

10.000 là hệ số chuyển đổi từ mg/kg sang %;

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 15 % 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 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 982.01: *Boron (acid- and water soluble) in fertilizers – Spectrophotometric method.*
-