

TCVN

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

TCVN 11406:2016

Xuất bản lần 1

**PHÂN BÓN - XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG SẮT Ở DẠNG
CHELAT BẰNG PHƯƠNG PHÁP PHỔ HẤP THỤ
NGUYÊN TỬ NGỌN LỬA**

Fertilizers -

Determination of chelated iron content by flame atomic absorption spectrometry

HÀ NỘI - 2016

Lời nói đầu

TCVN 11406:2016 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 - Xác định hàm lượng sắt ở dạng chelat bằng phương pháp phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa

Fertilizers - Determination of chelated iron by flame atomic absorption spectrometry

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng sắt ở dạng chelat trong phân bón 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 Thuật ngữ và định nghĩa

Trong tiêu chuẩn này sử dụng các thuật ngữ và định nghĩa sau:

3.1 Sắt chelat (Chelated iron)

Hợp chất phức của nhiều phối tử hữu cơ với nguyên tử trung tâm sắt.

4 Nguyên tắc

Hòa tan mẫu thử nghiệm trong nước, kết tủa sắt ion ở pH 8,5, lọc loại bỏ cặn và giữ lại dịch lọc chứa sắt chelat. Hòa một phần dịch lọc với dung dịch HCl 0,5 M tỷ lệ 1:20, xác định sắt chelat trong dung dịch bằng phương pháp phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa với dung dịch chuẩn sắt có chứa $\text{Na}_2\text{H}_2\text{EDTA}$.

5 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.

5.1 Nước, nước sử dụng trong quá trình phân tích phù hợp với quy định trong TCVN 4851- 1989 (ISO 3696- 1987) hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

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

5.3 Dung dịch HCl, 0,5 M

Lấy 41,45 ml axit clohydric (HCl) đậm đặc (4.2) cho vào bình định mức dung tích 1000 ml đã có sẵn 400 ml nước (4.1), lắc đều, thêm nước (4.1) đến vạch mức, lắc kỹ.

5.4 Natri hydroxit (NaOH).

5.5 Dung dịch natri hydroxit (NaOH), 0,5 M

Hòa tan 20 g NaOH trong nước và pha loãng bằng nước đến 1000 ml.

5.6 Dung dịch $\text{Na}_2\text{H}_2\text{EDTA}$, 0,66 %

Hòa tan 0,73 g $\text{Na}_2\text{H}_2\text{EDTA} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ trong nước và pha loãng bằng nước đến 100 ml.

5.7 Etanol, 95 %.

5.8 Hydro peroxit (H_2O_2), 30 %.

5.9 Dung dịch chuẩn gốc sắt, 1000 mg/l.

5.10 Dung dịch chuẩn sắt, 100 mg/l

Dùng pipet lấy 10 ml dung dịch chuẩn sắt 1000 mg/l (4.9) cho vào bình định mức dung tích 100 ml, thêm 10 ml dung dịch $\text{Na}_2\text{H}_2\text{EDTA}$ (4.6), pha loãng bằng nước (4.1) đến vạch mức, lắc kỹ, thu được dung dịch chuẩn sắt 100 mg/l.

6 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:

6.1 Cân phân tích, có độ chính xác đến 0,1 mg.

6.2 Máy quang phổ hấp thụ nguyên tử, đèn HCL (Fe).

6.3 Bình tam giác, dung tích 100; 200 ml.

6.4 Bình định mức, dung tích 100; 200; 1000 ml.

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

6.6 Pipet, dung tích 1; 2; 4; 5; ;10 ml, có độ chính xác từ 0,01 đến 0,1 ml.

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

6.8 Rây, có đường kính lỗ 2,0 mm.

6.9 Ống đong, dung tích 100 ml.

6.10 pH mét

7 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu

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

7.2 Phân bón dạng lỏng

7.2.1 Dạng dung dịch: Dung dịch phân bón phải được trộn đều trước khi lấy mẫu. Mẫu lấy ban đầu không ít hơn 50 ml. Trước khi lấy mẫu để tiến hành phân hủy, mẫu phải được lắc đều.

7.2.2 Dạng lỏng sền sệt: Trộn đều phân bón trước khi lấy mẫu. Mẫu lấy ban đầu không ít hơn 200 g. Trước khi lấy mẫu để tiến hành phân hủy, mẫu phải được trộn đều.

8 Cách tiến hành

8.1 Xử lý mẫu

8.1.1 Mẫu phân bón dạng rắn

8.1.1.1 Cân khoảng 2,0 g mẫu đã được chuẩn bị theo mục 7, chính xác đến 0,1 mg và cho vào bình tam giác dung tích 200 ml (6.3).

8.1.1.2 Cho vào 2- 3 giọt etanol (5.7) và hòa tan trong 100 ml nước (5.1); thêm 4 giọt H_2O_2 30 % (5.8), trộn đều. Điều chỉnh pH đến 8,5 bằng dung dịch NaOH 0,5 M (5.5), nếu pH vượt quá 8,8 thì phải loại bỏ dung dịch và làm lại. Chuyển dung dịch sang bình định mức dung tích 200 ml (6.4) và thêm nước (5.1) đến vạch mức (gọi đây là dung dịch A với thể tích V_a), lắc đều và lọc dung dịch A. Loại bỏ cặn trên phễu, lấy phần dịch lọc của dung dịch A.

8.1.1.3 Lấy 10 ml từ phần dịch lọc của dung dịch A cho vào bình định mức dung tích 200 ml, thêm vào dung dịch HCl 0,5 M đến vạch mức (gọi đây là dung dịch B). Xác định hàm lượng sắt ở dạng chelat trong dung dịch B.

8.1.2 Mẫu phân bón dạng lỏng

8.1.2.1 Mẫu thử ở dạng dung dịch (7.2.1): Dùng pipet (6.6) lấy 2,00 ml mẫu và cân mẫu chính xác đến 0,1 mg để xác định khối lượng (g), sau đó tiến hành tương tự như 8.1.1.2 và 8.1.1.3.

TCVN 11406:2016

8.1.2.2 Mẫu thử ở dạng sền sệt (7.2.2): Cân khoảng 2,0 g mẫu chính xác đến 0,1 mg, sau đó tiến hành như sau đó tiến hành tương tự như 8.1.1.2 và 8.1.1.3.

8.1.3 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.

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

8.2 Xác định hàm lượng sắt chelat bằng phép đo phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa

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

8.2.2 Dây dung dịch chuẩn sắt nồng độ từ 0 mg/l đến 10 mg/l

Sử dụng bảy bình định mức dung tích 100 ml, lần lượt cho vào mỗi bình số millilit dung dịch chuẩn sắt 100 mg/l (5.10), thêm dung dịch axit clohydric (HCl) 0,5 M (5.3) vừa đủ 100 ml thu được dung dịch chuẩn (bảng 1).

Bảng 1 – Dây dung dịch chuẩn sắt 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 tiêu chuẩn sắt 100 mg/l lấy vào mỗi bình (ml)	0	1	2	4	6	8	10
Thể tích dung dịch axit clohydric 0,5 M thêm đến vạch định mức (ml)	100	99	98	96	94	92	90
Nồng độ dung dịch tiêu chuẩn sắt (mg/l)	0,00	1,00	2,00	4,00	6,00	8,00	10,00

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

8.2.3 Xác định sắt trong dung dịch bằng phép đo phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa

Đo dây dung dịch tiêu chuẩn sắt (bảng 1) để xây dựng đường chuẩn sắt và đo nồng độ sắt trong mẫu trên máy quang phổ hấp thụ nguyên tử tại bước sóng 248,4 nm, sử dụng ngọn lửa axetylen/không khí, các thông số làm việc tuân theo hướng dẫn của nhà sản xuất.

9 Tính kết quả

9.1 Hàm lượng sắt ($C_{Fe(p)}$) trong mẫu phân bón thương phẩm, tính bằng mg/kg, theo công thức (1):

$$C_{Fe(p)}(mg/kg) = \frac{(a-b) \times f \times V_0 \times 20}{m} \quad (1)$$

trong đó

a là nồng độ của sắt trong dung dịch mẫu, tính bằng miligam trên lit (mg/l);

- b* là nồng độ của sắt trong dung dịch mẫu trắng, tính bằng miligam trên lit (mg/l);
- f* là hệ số pha loãng;
- V_a* là thể tích dung dịch sau khi định mức bằng nước, tính bằng millilit (ml), trong trường hợp này là 200 ml;
- m* là khối lượng mẫu cân tính bằng gam (g);
- 20 là hệ số pha loãng từ phần dịch lọc A (10 ml) sang dung dịch B (200 ml) bằng HCl 0,5 M (7.1.1.2).

Công thức rút gọn (C_{Feip}), tính bằng mg/kg, theo công thức (2):

$$C_{Feip}(mg/kg) = \frac{(a-b) \times f \times 4000}{m} \quad (2)$$

CHÚ THÍCH 2: Hàm lượng sắt trong phân bón dung dịch có thể tính bằng mg/l theo công thức (1) nếu đơn vị *m* tính bằng ml.

9.2 Hàm lượng sắt (C_{Fekk}) tính trong mẫu phân bón khô kiệt, theo công thức (3):

$$C_{Fekk}(mg/kg) = C_{Feip}(mg/kg) \times k \quad (3)$$

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

9.3 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.

10 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm bao gồm ít nhất những thông tin sau:

- Viện dẫn tiêu chuẩn này;
- Đặc điểm nhận dạng mẫu;
- Kết quả thử nghiệm chelat sắt;
- 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;
- Ngày thử nghiệm.

Thư mục tài liệu tham khảo

[1] AOAC 983.03, *Iron (Chelated) in Iron Chelate Concentrates*

[2] TCVN 9283:2012, *Phân bón – Xác định molipden và sắt tổng số bằng phương pháp phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa*
