

TCVN 9291:2012

Xuất bản lần 1

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

*Fertilizers – Determination of total cadmium by electrothermal
atomic absorption spectrometry*

HÀ NỘI – 2012

Lời nói đầu.

TCVN 9291:2012 được chuyển đổi, từ 10TCN 812-2006 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 9291:2012 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 cadimi tổng số bằng phương pháp phổ hấp thụ nguyên tử nhiệt điện (không ngọn lửa)

Fertilizers – Determination of total cadmium by electrothermal atomic absorption spectrometry

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định hai phương pháp xác định hàm lượng cadimi tổng số trong phân bón bằng phép đo 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 cadimi trong mẫu phân bón bằng hỗn hợp axit nitric và axit clohydric đậm đặc, xác định hàm lượng cadimi trong dung dịch bằng phép đo phổ hấp thụ nguyên tử, sử dụng thiết bị nguyên tử hóa nhiệt điện (lò graphit)

4 Hóa chất và thuốc thử

Trừ khi có quy định khác, trong quá trình phân tích 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) hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

4.1 Axit nitric (HNO₃) đậm đặc, (d = 1,40)

TCVN 9291:2012

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

4.3 Axit pecloric (HClO_4) đậm đặc, ($d=1,54$).

4.4 Dung dịch 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.

4.5 Dung dịch axit clohydric (HCl) 10 %

Lấy 226 ml axit clohydric (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 (HNO_3) đậm đặc (4.1) và axit clohydric (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 cadimi 1000 mg/l.

4.8 Dung dịch tiêu chuẩn cadimi 100 mg/l

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

4.9 Dung dịch tiêu chuẩn cadimi 10 mg/l.

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

4.10 Dung dịch tiêu chuẩn cadimi 1 mg/l.

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

4.11 Dung dịch tiêu chuẩn cadimi 0,050 mg/l.

Dùng pipet lấy 5 ml dung dịch tiêu chuẩn cadimi 1 mg/l (4.10) cho vào bình định mức dung tích 100 ml, thêm dung dịch axit clohydric (HCl) 1 % (4.4) tới vạch định mức, lắc đều, thu được dung dịch tiêu chuẩn cadimi 0,050 mg/l.

4.12 Dãy dung dịch tiêu chuẩn cadimi nồng độ từ 0 mg/l đến 0,006 mg/l

Pha dãy dung dịch tiêu chuẩn cadimi trong axit clohydric 1 %.

Sử dụng bảy bình định mức dung tích 100 ml, cho vào mỗi bình thứ tự số mililit dung dịch tiêu chuẩn cadimi 0,050 mg/l (4.11), dung dịch axit clohydric (HCl) 1 % (4.4) vừa đủ 100 ml, thu được bảy dung dịch tiêu chuẩn cadimi (xem Bảng 1).

Bảng 1 – Bảy dung dịch tiêu chuẩn cadimi nồng độ từ 0 mg/l đến 0,006 mg/l

Số hiệu bình	S0	S1	S2	S3	S4	S5	S6
Thể tích dung dịch tiêu chuẩn cadimi 0,050 mg/l lấy vào mỗi bình (ml)	0	2	4	6	8	10	12
Thể tích dung dịch axit clohydric 1 % thêm đến vạch định mức (ml)	100	98	96	94	92	90	88
Nồng độ dung dịch tiêu chuẩn cadimi thu được (mg/l)	0,00	0,001	0,002	0,003	0,004	0,005	0,006

CHÚ THÍCH: Dung dịch tiêu chuẩn cadimi 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.
- 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 cadimi 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), tăng 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 vỡ cơ hóa với 5 ml dung dịch axit clohydric (HCl) 10 % (4.5), sau đó đun sôi 5 min.

7.1.6 Để nguội, chuyển toàn bộ dung dịch và cặn từ bình phân hủy 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". Pha loãng dung dịch "A" 10 lần sẽ thu được dung dịch "B", dùng để xác định cadimi.

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

CHÚ THÍCH:

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

Theo dõi thường xuyên quá trình phân hủy 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 cadimi bằng phép đo phổ hấp thụ nguyên tử nhiệt điện

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 cadimi trong mẫu bằng phép đo phổ hấp thụ nguyên tử nhiệt điện (không ngọn lửa) dùng lò graphit.

Đo dãy dung dịch tiêu chuẩn cadimi (Bảng 1) để xây dựng đường chuẩn cadimi và đo nồng độ cadimi trong mẫu trên máy quang phổ hấp thụ nguyên tử lò graphit tại bước sóng 228,8 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 cadimi (X) trong mẫu phân bón thương phẩm, tính bằng mg/kg, theo công thức (1)

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

trong đó

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

TCVN 9291:2012

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 cadimi 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 cadimi 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.
-