

## Lời nói đầu

**TCVN 8558:2010** được chuyển đổi từ **10 TCN 364-99** theo quy định tại khoản 1 Điều 69 của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật và điểm a khoản 1 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 8558:2010** 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 – Phương pháp xác định clorua hòa tan trong nước

*Fertilizers - Method for determination of chloride dissolved in water*

## 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định clorua hòa tan trong nước của các loại phân bón có chứa clo (Cl) như amoni clorua ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ ), kali clorua (KCl)...

## 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

Hòa tan clorua trong mẫu phân bón vào trong nước và xác định hàm lượng clorua bằng phương pháp chuẩn độ với dung dịch tiêu chuẩn bạc nitrat ( $\text{AgNO}_3$ ), sử dụng chỉ thị màu kali cromat ( $\text{K}_2\text{CrO}_4$ ).

## 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, nước cất phù hợp với TCVN 4851 (ISO 3696) hoặc nước có cấp tinh khiết tương đương.

### 4.1 Dung dịch tiêu chuẩn bạc nitrat ( $\text{AgNO}_3$ ) 0,02 N

Hòa tan 3,3980 g bạc nitrat ( $\text{AgNO}_3$ ) bằng nước cất không có clo, rồi định mức thành 1000 ml. Hoặc pha từ ống chuẩn có sẵn theo thông số ghi trên ống. Bảo quản dung dịch trong lọ màu sẫm, ở nơi tối.

### 4.2 Dung dịch kali cromat ( $\text{K}_2\text{CrO}_4$ ) 5 %

Hòa tan 5 g kali cromat ( $K_2CrO_4$ ) vào nước cất, rồi định mức 100 ml.

### 4.3 Dung dịch tiêu chuẩn natri clorua (NaCl) 0,02 N

Cân chính xác 1,1689 g NaCl tinh khiết đã sấy ở nhiệt độ 140 °C, hòa tan vào nước cất không có clo rồi định mức thành 1000 ml. Hoặc pha từ ống chuẩn có sẵn theo thông số ghi trên ống.

### 4.4 Dung dịch natri hydroxit (NaOH) 0,1 N.

Hòa tan 4 g natri hydroxit (NaOH) vào nước cất, rồi định mức 1000 ml.

## 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 Buret, có độ chính xác 0,05 ml.

5.2 Bình tam giác, có dung tích 50; 100; 250 ml.

5.3 Bình định mức, có dung tích 50; 100; 200; 1000 ml.

5.4 Pipet, có dung tích 1; 2; 5; 10 ml.

5.5 Máy đo pH.

5.6 Cân phân tích, có độ chính xác 0,1 mg và 0,01 mg.

5.7 Máy lắc.

## 6 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu

Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu theo TCVN 5815.

## 7 Cách tiến hành

### 7.1 Chiết mẫu

7.1.1 Cân khoảng 2 g đến 5 g, chính xác đến 0,01 mg, mẫu phân bón đã được chuẩn bị theo TCVN 5815, cho vào bình tam giác dung tích 250 ml.

7.1.2 Cho 50 ml nước đun sôi vào bình và lắc cho hòa tan clorua trong mẫu, để lắng nếu còn cặn không tan.

7.1.3 Lọc gạn trên phễu lọc và hứng dung dịch lọc vào bình định mức dung tích 200 ml, tiếp tục hòa tan cặn bằng 50 ml nước sôi, làm như vậy 2 lần đến 3 lần nữa, sau đó dồn toàn bộ cặn lên giấy lọc.

7.1.4 Đổ nguội dung dịch và định mức đến vạch mức bằng nước (V).

## 7.2 Chuẩn độ mẫu

7.2.1 Chuẩn hóa nồng độ dung dịch (4.1) bằng cách chuẩn độ với dung dịch natri clorua tiêu chuẩn (4.3) giống như chuẩn độ mẫu.

7.2.2 Dùng pipet lấy chính xác một thể tích ( $V_1$ ) dung dịch lọc (7.1.4) cho vào bình tam giác dung tích 50 ml, điều chỉnh pH của dung dịch đến trung tính bằng NaOH và thêm 2 đến 3 giọt dung dịch chỉ thị kali cromat ( $K_2CrO_4$ ) 5 % (4.2).

7.2.3 Dùng dung dịch tiêu chuẩn bạc nitrat (4.1) để chuẩn độ cho đến khi dung dịch xuất hiện kết tủa màu đỏ gạch lặc không tan, ghi số ml dung dịch tiêu tốn ( $V_2$ ).

7.2.4 Tiến hành đồng thời với mẫu trắng, ghi số ml dung dịch tiêu tốn ( $V_3$ ).

## 8 Tính toán kết quả

8.1 Hàm lượng clo hòa tan trong 100 g mẫu được tính theo công thức sau:

$$\text{mg Cl}^-/100 \text{ g} = \frac{(V_2 - V_3) \times N \times 35,45 \times V \times 100}{m \times V_1}$$

trong đó:

$m$  khối lượng mẫu cân ban đầu, tính bằng gam (g);

$V$  thể tích định mức (7.1.4), tính bằng mililit (ml);

$V_1$  thể tích dung dịch lấy (7.2.2) để chuẩn độ, tính bằng mililit (ml);

$V_2$  thể tích dung dịch tiêu chuẩn bạc nitrat (4.1) dùng để chuẩn độ mẫu, tính bằng mililit (ml);

$V_3$  thể tích dung dịch tiêu chuẩn bạc nitrat (4.1) dùng để chuẩn độ mẫu trắng, tính bằng mililit (ml);

$N$  nồng độ đương lượng của dung dịch tiêu chuẩn bạc nitrat (4.1);

35,45 đương lượng gam của clo.

8.2 Kết quả là chênh lệch của hai phép xác định liên tiếp không vượt quá 0,5 %.

## 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 clo hòa tan;

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.