



TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 8562:2010

Xuất bản lần 1

**PHÂN BÓN- PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH
KALI TỔNG SỐ**

Fertilizers - Method for determination of total potassium

HÀ NỘI - 2010

Lời nói đầu

TCVN 8562:2010 được chuyển đổi từ 10 TCN 308- 2004 theo qui định tại khoản 1 Điều 69 của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật và điểm a khoản 1 Điều 6 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 8562:2010 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 – Phương pháp xác định kali tổng số

Fertilizers – Method for determination of total potassium

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định kali tổng số của các loại phân bón có chứa kali bao gồm phân kali khoáng (khoáng đơn, khoáng hỗn hợp, khoáng phức hợp) và phân có chứa cả chất hữu cơ và kali (phân hữu cơ, hữu cơ vi sinh, hữu cơ sinh học, hữu cơ khoáng, than bùn).

Tiêu chuẩn này chỉ xác định phân kali có khả năng cung cấp cho cây trồng, không xác định phân kali không có khả năng cung cấp cho cây trồng.

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 4851-89 (ISO 3696- 1987), *Nước dùng cho phân tích trong phòng thí nghiệm- Yêu cầu kỹ thuật.*

3 Phân loại

Phân bón chứa kali có thể phân thành hai nhóm:

3.1 Nhóm một: Bao gồm các loại phân khoáng chứa kali ở dạng dễ hoà tan như phân khoáng đơn, khoáng phức hợp, khoáng hỗn hợp (KCl , K_2SO_4 , KNO_3 , KH_2PO_4 , NPK, NPKS, NK, PK, $K_2SO_4.2MgSO_4...$).

3.2 Nhóm hai: Bao gồm các loại phân có chứa cả chất hữu cơ và kali như phân hữu cơ, hữu cơ vi sinh, hữu cơ sinh học, phân hữu cơ khoáng, than bùn (nhóm này chứa K ở dạng dễ và khó hòa tan).

4 Nguyên tắc

Sử dụng dung dịch HCl 0,05 N với mẫu nhóm một và H₂SO₄ và HClO₄ đặc với mẫu nhóm hai để chuyển hoá các hợp chất chứa kali trong mẫu thành kali hoà tan, sau đó xác định kali trong dung dịch mẫu bằng quang kế ngọn lửa.

CHÚ THÍCH: Vì nhóm một chứa kali ở dạng dễ hòa tan, chỉ cần sử dụng dung dịch HCl 0,05 N (như xác định kali hữu hiệu) là đã chuyển hóa hoàn toàn kali sang dạng hòa tan, không cần dùng đến H₂SO₄ và HClO₄ đặc.

5 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.

5.1 Nước cất, TCVN 4851-89.

5.2 Axit sunfuric (H₂SO₄) d = 1,84.

5.3 Axit clohydric (HCl) d = 1,18.

5.4 Axit nitric (HNO₃) d = 1,4.

5.5 Dung dịch HCl 0,05 N (pha từ dung dịch HCl 1N).

5.6 Axit peclohydric (HClO₄).

5.7 Hỗn hợp cường thủy, HNO₃+ HCl theo thể tích 1: 3.

5.8 Dung dịch tiêu chuẩn kali 1000 mg K/l.

Cân 1,9067 g kali clorua (KCl) đã sấy khô ở 105 °C để nguội trong bình hút ẩm vào cốc, thêm 100 ml dung dịch axit HCl 0,1 N, khuấy tan, chuyển vào bình định mức dung tích 1000 ml, thêm nước đến vạch định mức, lắc đều, dung dịch này có nồng độ 1000 mg K/l, bảo quản kín ở 20 °C.

6 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:

6.1 Máy quang kế ngọn lửa.

6.2 Tủ sấy, nhiệt độ 200 °C ± 1 °C.

6.3 Bình phân huỷ mẫu, dung tích 250 ml

6.4. Bếp phân huỷ, điều khiển được nhiệt độ.

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

6.6 Rây, đường kính lỗ 2 mm.

6.7 Bình định mức, dung tích 50; 100; 1000 ml.

6.8 Phễu lọc, đường kính 8 mm.

7 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu

7.1 Mẫu đem đến phòng thí nghiệm được đảo trộn đều, trải phẳng trên khay nhựa hoặc tấm nilông, lấy mẫu trung bình theo phương pháp đường chéo góc, trộn đều, lấy hai phần đối diện và loại bỏ dần cho đến khi còn khoảng 500 g.

7.2 Chia mẫu trung bình thành hai phần bằng nhau, cho vào hai túi PE buộc kín, ghi mã số phân tích, ngày, tháng, tên mẫu và các thông tin cần thiết, một phần làm mẫu lưu, một phần làm mẫu phân tích.

7.3 Nghiền mịn mẫu rồi qua rây có đường kính lỗ 2 mm, trộn đều làm mẫu phân tích.

7.4 Các mẫu có ẩm độ cao có thể cân một lượng mẫu xác định, sấy khô ở nhiệt độ 70 °C, xác định độ ẩm, nghiền mịn mẫu khô qua rây có đường kính lỗ 2 mm làm mẫu phân tích. Lưu ý khi tính kết quả phải nhân với hệ số chuyển đổi từ khối lượng mẫu khô sang khối lượng mẫu thực tế ban đầu.

7.5 Các mẫu không thể xử lý theo (7.3) và (7.4) có thể lấy một lượng mẫu khoảng 20 g, nghiền thật mịn làm mẫu phân tích.

8 Cách tiến hành

8.1 Phân huỷ mẫu

Áp dụng hai cách phân huỷ mẫu với hai nhóm mẫu khác nhau.

8.1.1 Sử dụng dung dịch HCl 0,05 N để hoà tan (phân huỷ) kali trong mẫu thuộc nhóm một:

8.1.1.1 Cân 2 g \pm 0,001 g mẫu đã được chuẩn bị theo (7.3) hay (7.4), (7.5) cho vào bình tam giác dung tích 250 ml.

8.1.1.2 Thêm 100 ml dung dịch HCl 0,05 N lắc 30 min.

8.1.1.3 Chuyển vào bình định mức dung tích 200 ml, thêm dung dịch HCl 0,05 N đến vạch định mức, lắc đều, để lắng trong hoặc lọc qua phễu lọc khô, được dung dịch A để xác định kali.

8.1.2 Sử dụng H₂SO₄ và HClO₄ để hoà tan (phân huỷ) kali trong mẫu thuộc nhóm hai:

8.1.2.1 Cân 2 g \pm 0,001 g mẫu đã được xử lý theo (7.3)) hay (7.4), (7.5) cho vào bình phân huỷ (không để dính mẫu ở cổ và thành bình).

8.1.2.2 Thêm 30 ml axit H₂SO₄ đậm đặc và 0,5 ml HClO₄ để qua đêm hoặc ngâm ít nhất vài h.

8.1.2.3 Chuẩn bị đồng thời 2 mẫu trắng không có mẫu thử, tiến hành đồng nhất điều kiện như mẫu thử

TCVN 8562:2010

8.1.2.4 Tăng nhiệt độ từ từ đến 120 °C, sôi nhẹ trong khoảng 120 min.

8.1.2.5 Để nguội, thêm vài giọt HClO₄.

8.1.2.6 Tăng nhiệt độ lên 200 °C và duy trì nhiệt độ đó trong khoảng 60 min đến khi trong bình xuất hiện khói trắng đậm đặc, dung dịch mẫu trắng trong. Nếu dung dịch chưa trắng trong, tiếp tục để nguội, thêm vài giọt HClO₄ rồi tăng dần nhiệt độ lên 200 °C khoảng 60 min, đến khi dung dịch mẫu trắng trong là được (có thể phải lặp lại hai ba lần với HClO₄).

8.1.2.7 Để nguội, thêm vào 50 ml nước cất đun sôi 10 min.

8.1.2.8 Chuyển dung dịch và cặn trong bình phân hủy sang bình định mức dung tích 200 ml, thêm nước đến vạch định mức, lắc đều, lọc hoặc để lắng trong. Gọi đây là dung dịch A để xác định kali tổng số (với mẫu có hàm lượng kali thấp sử dụng bình định mức dung tích 100 ml là thích hợp).

CHÚ Ý 1:

1) Quá trình phân hủy mẫu phải theo dõi thường xuyên, đặc biệt ở giai đoạn đầu không để trào bắn mẫu ra ngoài. Không để khô mẫu (luôn luôn dư axit ít nhất 2 ml, nếu thiếu phải cho thêm axit).

2) Nồng độ SO₄²⁻ cao có thể ảnh hưởng đến kết quả đo kali. Sử dụng hỗn hợp cường thủy để phân hủy mẫu thay cho sử dụng H₂SO₄ và HClO₄ là tối ưu song thực hiện khó hơn.

8.2 Phương pháp đo kali

8.2.1 Kiểm tra máy quang kế ngọn lửa theo hướng dẫn của nhà sản xuất thiết bị. Khởi động máy trước khi đo ít nhất 15 min cho máy ổn định.

8.2.2 Lập thang chuẩn và đồ thị đường chuẩn kali.

8.2.2.1 Pha loãng dung dịch tiêu chuẩn kali 1000 mg K/l thành dung dịch kali 100 mg K/l.

8.2.2.2 Sử dụng 7 bình định mức dung tích 100 ml, cho vào mỗi bình thứ tự số ml dung dịch kali 100 mg K theo bảng 1.

Bảng 1- Hướng dẫn pha thang chuẩn

Nồng độ dung dịch kali (Từ 0 mg K/l đến 80 mgK/l)	Số ml dung dịch tiêu chuẩn 100 mg K/l cho vào mỗi bình định mức dung tích 100 ml
00,0	00,0
05,0	05,0
10,0	10,0
20,0	20,0
40,0	40,0
60,0	60,0
80,0	80,0

8.2.2.3 Thêm dung dịch HCl 1 % đến vạch định mức dung tích 100 ml.

8.2.2.4 Đo thang chuẩn trên máy quang kế ngọn lửa với kính lọc kali, hiệu chỉnh máy sao cho đường chuẩn có dạng hàm bậc một ($y=ax$), hoặc hàm bậc hai ($Y = ax^2+bx$ với R^2 lớn hơn 0,95), lập đồ thị đường chuẩn (hoặc phương trình tương đương) biểu diễn tương quan giữa số đo trên máy và nồng độ dung dịch tiêu chuẩn kali.

8.3 Đo dung dịch mẫu

8.3.1 Tiến hành đo dung dịch mẫu đồng nhất với điều kiện đo dung dịch tiêu chuẩn. Đo khoảng 10 mẫu phải kiểm tra lại thang chuẩn, nếu sai lệch phải hiệu chỉnh máy, lập lại đường chuẩn và đo lại mẫu.

8.3.2 Các mẫu có nồng độ kali trong dung dịch A lớn hơn 80 mg K/l phải pha loãng thành dung dịch B có nồng độ trong khoảng từ 40 mg K/l đến 60 mgK/l (theo bảng 2).

Bảng 2- Hướng dẫn pha loãng dung dịch

Hệ số pha loãng	Lượng hút dung dịch cần pha loãng	Lên định mức	Ghi chú
10 lần	10 ml	100 ml	Lượng hút dung dịch cần pha loãng không nên nhỏ hơn 5 ml
5 lần	10 ml	50 ml	
2 lần	10 ml	20 ml	
100 lần	Pha loãng 10 lần, tiếp theo pha loãng 10 lần nữa		

CHÚ Ý 2:

- 1) Nồng độ SO_4^{2-} trong dung dịch mẫu đo quá cao có ảnh hưởng đến độ chính xác của phép đo.
- 2) Để khắc phục ảnh hưởng của nồng độ canxi, cần cho thêm dung dịch 0,2 % Cs vào dung dịch mẫu đo theo thể tích tỷ lệ 1: 1.

8.3.3 Căn cứ vào số đo trên máy, hệ số pha loãng và đồ thị đường chuẩn (hoặc phương trình tương đương) tính ra nồng độ kali trong dung dịch A, suy ra hàm lượng kali trong mẫu.

9 Tính kết quả

9.1 Hàm lượng kali (% K) theo phần trăm khối lượng được tính theo công thức:

$$\% K = \frac{a \times V \times 100}{1000 \times m \times 1000}$$

Trong đó:

- a Nồng độ K trong dung dịch A tính bằng miligam/lít (mg/l);
- V Toàn bộ thể tích dung dịch A tính bằng mililit (ml);
- m Khối lượng mẫu phân huỷ tính bằng gam (g);
- 100; 1000 Các hệ số quy đổi.

TCVN 8562:2010

9.2. Hàm lượng kali theo phần trăm khối lượng qui đổi về K_2O (% K_2O) được tính theo công thức:

$$\% K_2O = \% K \times 1,205$$

Trong đó:

1,205- Hệ số quy đổi từ K sang K_2O .

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 5 % so với giá trị trung bình của phép thử thì phải tiến hành lại.

7 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 xác định kali tổng số;
 - 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.
-