

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.064 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 1/4
---	----------------------------------	---

## XÁC ĐỊNH $\text{SiO}_2$ TRONG PHÂN BÓN

### BẢNG PHƯƠNG PHÁP KHỐI LƯỢNG

Nhân viên biên soạn	Nhân viên xem xét	Nhân viên phê duyệt
Trần Minh Thứ	Trần Thái Vũ	Trần Thái Vũ

#### THEO DÕI SỬA ĐỔI TÀI LIỆU

STT	Vị trí	Nội dung sửa đổi	Ngày sửa đổi
1		Thay đổi format SOP	29/12/2017

#### A. TỔNG QUAN

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.064 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 2/4
---	----------------------------------	---

## I. Phạm vi áp dụng.

Phương pháp này dùng để xác định  $\text{SiO}_2$  trong phân bón. Giới hạn phát hiện của phương pháp là 0.5%, giới hạn định lượng là 1.5 %

STT	Kim loại	LOD, %	LOQ, %
1	$\text{SiO}_2$	0.5	1.5

## II. Tài liệu tham khảo.

Tiêu chuẩn này được xây dựng dựa theo: TCVN 5815:2001

## III. Nguyên tắc.

Nung chảy mẫu bằng KOH, lọc silic ở dạng  $\text{H}_2\text{SiO}_3$ , nung và cân silic ở dạng  $\text{SiO}_2$ .

## VI. Thông tin an toàn phòng thí nghiệm.

Các phương pháp an toàn phòng thí nghiệm cần phải được thực hiện nghiêm ngặt như sử dụng áo blouse, tủ hút, găng tay, khẩu trang, kính bảo hộ lao động khi làm việc với các axit HCl, xút.

Các hoá chất thải phải được thu gom vào các bình chứa riêng biệt, cụ thể và có dán nhãn nhận biết.

## B. PHÂN TÍCH

### I. Thiết bị và dụng cụ phân tích.

- Erlen 100 mL, 250 mL
- Beaker 100 mL, 500 mL
- Giấy quỳ tím thử pH.
- Bếp điện,  $200^\circ\text{C}$
- Giấy lọc định lượng không tro.
- Chén sứ 30 mL.
- Chén niken 50 mL.
- Cân phân tích chính xác đến 0.0001 g.
- Tủ hút hơi acid.
- Lò nung
- Bình hút ẩm

### II. Hoá chất và chất chuẩn.

- $\text{HNO}_3$  đậm đặc
- KOH rắn, TKPT
- Nước cất khử ion

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.064 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 3/4
---	----------------------------------	---

- HCl đậm đặc

### III. Kiểm soát QA/QC.

Trong mỗi đợt phân tích, nhân viên phân tích thực hiện các mẫu sau để kiểm soát chất lượng phân tích.

- Mẫu Blank hóa chất: thực hiện song song với mẫu phân tích
- Mẫu QC RM phòng thí nghiệm do trưởng nhóm quyết định

### VI. xử lý mẫu.

#### 1. Chuẩn bị mẫu.

Đồng nhất và bảo quản mẫu theo hướng dẫn thí nghiệm “HD.KT.022” mục 4.3

#### 2. Phương pháp tiến hành.

Tùy hàm lượng  $\text{SiO}_2$  trong mẫu mà cân từ 0.2-1 g mẫu vào chén nikel đã lót sẵn 2g KOH, phủ lên trên mẫu 2g KOH, cho chén lên bếp đun cho đến khi tạo thành một khối chảy rồi cho chén vào lò nung, nung mẫu ở  $950^\circ\text{C}$  trong khoảng 30 phút cho tới khi mẫu trở thành khối nung chảy trong suốt là được. Lấy chén nung ra khỏi lò, để nguội, chuyển khối nung chảy vào cốc thủy tinh chịu nhiệt và thêm từng lượng nhỏ dung dịch HCl 1+1 cho tan hết khối nung chảy. Sau đó cho dư thêm 20mL HCl đậm đặc. Đặt cốc bằng mặt kính đồng hồ và cô trên bếp cho tới khi hết hơi nước đọng trên mặt kính (trong thời gian cô thỉnh thoảng khuấy đều mẫu) và cô thêm 30 phút nữa. Để nguội, cho vào cốc 20mL dung dịch HCl đặc, khuấy đều và đun sôi nhẹ dung dịch, thêm khoảng 50mL nước và đun cho tan các muối kết tinh. Lọc dung dịch qua giấy lọc băng xanh, dùng bình tia chứa nước nóng chuyển định lượng kết tủa từ cốc sang phễu chứa giấy lọc. Dùng một mẫu giấy lọc băng xanh để lau đĩa thủy tinh cũng như thành cốc cho hết kết tủa bám dính sau đó chuyển hết kết tủa sang giấy lọc. Tráng cốc thêm vài lần bằng nước nóng và tiếp tục rửa kết tủa trên giấy lọc cho đến khi hết môi trường axit trên giấy lọc.

### C. TÍNH TOÁN KẾT QUẢ.

Kết quả được tính theo công thức sau:

$$\text{SiO}_2(\%) = \frac{(G_2 - G_1) \times 100}{m}$$

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	<b>HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH</b>	Mã số: HD.TN.064 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 4/4
---	--	---

- $G_2$ : Khối lượng cân mẫu và chén sứ sau khi sấy, g
- $G_1$ : Khối lượng cân mẫu và chén sứ ban đầu, g
- $m$ : khối lượng cân, g
- 100 : hệ số chuyển đổi sang đơn vị %.

#### **D. KIỂM SOÁT DỮ LIỆU QA/QC**

- Mẫu lặp lại được thực hiện ít nhất 1 lần cho một lô mẫu. Độ lệch tương đối giữa hai mẫu lặp lại không quá  $\pm 10\%$ .
- Mẫu QC RM phòng thí nghiệm: nồng độ nằm trong giới hạn biểu đồ kiểm soát (control chart)

#### **E. BÁO CÁO KẾT QUẢ.**

Kết quả báo cáo phân tích được ghi nhận lại trong biểu mẫu BM.15.04b và BM.15.06.