

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC	Mã số: HD.TN.073 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 15/10/2017 Trang: 1/5
---	---------------------	---

ĐỊNH LƯỢNG SULFUA TRONG PHÂN BÓN BẰNG
PHƯƠNG PHÁP KHỐI LƯỢNG
(ANALYSIS OF SULFUR IN FERTILIZERS BY
GRAVIMETRIC METHOD)

Nhân viên biên soạn	Nhân viên xem xét	Nhân viên phê duyệt
Phạm Thị Kim Cúc	Trịnh Thị Minh Nguyệt	Trịnh Thị Minh Nguyệt

THEO DÕI SỬA ĐỔI TÀI LIỆU

STT	Vị trí	Nội dung sửa đổi	Ngày sửa đổi
01	Header	Thay đổi format SOP	15/10/2017

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC	Mã số: HD.TN.073 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 15/10/2017 Trang: 2/5
--	----------------------------	---

A. TỔNG QUAN

I. Phạm vi áp dụng

- Phương pháp này được áp dụng để xác định hàm lượng sulfua trong phân bón.
- Giới hạn phát hiện của phương pháp: 0.05%.

II. Tài liệu tham khảo

- Tiêu chuẩn này được xây dựng dựa theo: TCVN 9296:2012

III. Nguyên tắc

- Mẫu sau khi được nghiền mịn và đồng nhất, oxi hoá bằng hỗn hợp acid HCl và HNO₃ để chuyển hóa các dạng lưu huỳnh trong mẫu về dạng ion SO₄²⁻, sau đó kết tủa bằng BaCl₂. Xác định khối lượng kết tủa thu được.

IV. Thông tin an toàn phòng thử 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 cần thiết.
- 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

- Cân phân tích, độ chính xác 0,001 g và 0.0001 g
- Ống phá mẫu có dung tích 100ml – 250mL
- Bếp đun.
- Giấy lọc định lượng không tro và hệ thống lọc có áp suất.
- Chén nung sứ 30ml.
- Pipet vạch, bầu và micropipet các loại.
- Dụng cụ thủy tinh các loại
- Lò nung có nhiệt độ 1000⁰C ± 5⁰C
- Tủ sấy có nhiệt độ 50 – 200⁰C
- Bình hút ẩm.

II. Hóa chất và dung dịch hóa chất

1. Hóa chất

- HCl: tinh khiết phân tích
- HNO₃: tinh khiết phân tích
- BaCl₂.2H₂O: tinh khiết phân tích
- (NH₄)₂SO₄: tinh khiết phân tích
- Nước cất dùng cho phân tích.

2. Dung dịch hóa chất:

- Dung dịch HCl 1:1: Thêm 500ml HCl vào bình định mức 1L đã chứa sẵn

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC	Mã số: HD.TN.073 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 15/10/2017 Trang: 3/5
--	----------------------------	---

400ml nước cất, lắc đều, làm nguội sau đó thêm nước cất tới vạch, lắc đều.

- Dung dịch HCl 10%: Thêm 236.4ml HCl vào bình định mức 1L đã chứa sẵn 400ml nước cất, lắc đều, làm nguội sau đó thêm nước cất tới vạch, lắc đều.
- Dung dịch HCl 0.1%: thêm 10ml HCl 10% vào bình định mức 1L đã chứa sẵn 400ml nước cất, lắc đều, làm nguội sau đó thêm nước cất tới vạch, lắc đều.
- Dung dịch BaCl₂ 10%: Cân 117g BaCl₂.2H₂O cho vào cốc, thêm khoảng 700ml nước, khuấy cho tan, chuyển vào bình định mức 1L, thêm nước đến vạch, lắc đều.
- Dung dịch BaCl₂ 1%: Lấy 100ml BaCl₂ 10% cho vào bình định mức 1L, thêm nước đến vạch, lắc đều.

III. Thực hiện QA/QC

- Trong mỗi đợt phân tích, nhân viên phân tích phải thực hiện các mẫu sau để đảm bảo chất lượng phân tích:
 - o Mẫu blank quá trình
 - o Mẫu lặp
 - o Mẫu QC: Cân khoảng 0.3g (NH₄)₂SO₄ (ghi lại khối lượng cân) vào mẫu đã cân sẵn và tiến hành phân tích giống như mẫu thực mục IV.

IV. Thực hiện phân tích

1. Chuẩn bị mẫu:

- Mẫu dạng rắn: Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu theo TCVN 5815:2001
- Mẫu dạng lỏng: lắc đều mẫu trước khi phân tích

2. Phân hủy mẫu

a. Đối với phân bón rắn:

- Cân khoảng 2g mẫu sao cho hàm lượng sulfua chứa tối thiểu 10mg lưu huỳnh vào ống phá mẫu, thêm 20ml HCl đậm đặc và 30ml HNO₃ đậm đặc, lắc đều, đậy kín, ngâm 4h hoặc qua đêm.
- Đặt ống lên bếp, tăng lên 120⁰C, đun sôi nhẹ khoảng 60 phút, rồi tăng lên 200⁰C trong 90 phút hoặc cho tới khi dung dịch trắng.
- Để nguội, thêm 10ml nước, đun nhẹ khoảng 5 phút, sau đó lọc qua giấy lọc vào erlen 250ml và tráng rửa cặn nhiều lần bằng nước nóng.

b. Đối với phân bón dạng lỏng

- Hút khoảng 2ml mẫu cho vào bình thủy phân, thêm 20ml HCl đậm đặc và 30ml HNO₃ đậm đặc, lắc đều, ngâm 4h hoặc qua đêm.
- Đặt bình lên bếp, tăng dần lên 120⁰C, sôi nhẹ khoảng 60 phút đến khi dung dịch trong là được.
- Để nguội, thêm nước cất, lọc vào erlen 250ml.

Lưu ý:

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC	Mã số: HD.TN.073 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 15/10/2017 Trang: 4/5
--	----------------------------	---

- o Phải theo dõi thường xuyên quá trình phân hủy, tránh để trào bắn mẫu và khô mẫu.
- o Lưu huỳnh tổng số trong phân bón chủ yếu ở dạng ion sulphat, có một lượng nhỏ ở dạng hữu cơ, quá trình phân hủy có thể làm mất một lượng nhỏ lưu huỳnh hữu cơ khi sử dụng hệ thống phân hủy không hồi lưu.

3. Tạo kết tủa:

- Thêm vào erlen trên 1ml dung dịch HCl 10%, đun đến sôi.
- Thêm 10ml dung dịch BaCl₂ 1% vào dung dịch đang sôi, tiếp tục đun, lắc nhẹ, xuất hiện kết tủa BaSO₄, giữ nhiệt độ gần sôi khoảng 30 phút, tắt bếp để yên 4h. Cho thêm 2ml BaCl₂ 10%, tiếp tục đun sôi như trên cho đến khi kết tủa hoàn toàn, để nguội.
- Lọc kết tủa qua giấy lọc bang xanh, rửa nhiều lần bằng nước nóng cho tới khi hết acid. Chuyển toàn bộ cặn và giấy lọc vào chén sứ.

Lưu ý:

- o Chuẩn bị đồng thời một mẫu trắng chỉ có giấy lọc, tiến hành cùng điều kiện như mẫu thử.
- o BaSO₄ kết tủa chọn lọc tốt trong môi trường có nồng độ acid tối thiểu là HCl 0.05N, kết tủa nóng làm tăng quá trình phản hấp thụ và tạo tinh thể lớn, có thể để yên kết tủa 4h trong tủ ấm ở nhiệt độ 80°C.

4. Nung kết tủa

- Nung kết tủa thu được ở 750°C ± 5°C trong khoảng 2h (khi thấy kết tủa có màu trắng), làm nguội trong bình hút ẩm và cân. Tiếp tục nung kết tủa lần hai ở nhiệt độ như trên trong 1h, làm nguội, cân. Lặp lại quá trình cho đến khi khối lượng không đổi (chênh lệch giữa hai lần cân không quá 0.001g).
- Tiến hành làm mẫu trắng song song.

C. TÍNH KẾT QUẢ

Kết quả chất cần phân tích trong mẫu được tính toán dựa vào khối lượng kết tủa thu được:

$$S (\%) = \frac{(A - B) * 0.1374 * 100}{m}$$

Trong đó:

- A: Khối lượng kết tủa thu được (g),
- B: Khối lượng mẫu trắng (g),
- m: Khối lượng mẫu (g).
- 0.1374: hệ số quy đổi từ BaSO₄ về S

D. BẢO ĐẢM KẾT QUẢ THỬ NGHIỆM

- Hiệu suất thu hồi của mẫu thêm chuẩn phải nằm trong khoảng

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC	Mã số: HD.TN.073 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 15/10/2017 Trang: 5/5
--	----------------------------	---

Hàm lượng	Độ lệch cho phép, %
100mg/Kg	90 – 107
≥1mg/g	95 – 105
≥1g/g	97 - 103

- Kết quả thử nghiệm là giá trị trung bình của hai phép xác định liên tiếp. Chênh lệch so với giá trị tuyệt đối khoảng 0.3% là đạt.

I. BÁO CÁO KẾT QUẢ

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