

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.078 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 1/5
--	--	---

**XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CaO và MgO (quy từ Ca
và Mg) TRONG PHÂN BÓN BẰNG PHƯƠNG
PHÁP CHUẨN ĐỘ EDTA**

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	29/12/2107

A. TỔNG QUAN

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.078 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 2/5
--	--	---

I. Phạm vi áp dụng.

- Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định CaO và MgO (quy từ Ca và Mg) trong phân bón bằng kỹ thuật phá mẫu ướt kết hợp với chuẩn độ EDTA.
- Giới hạn phát hiện và định lượng của phương pháp:

STT	Kim loại	LOD, %	LOQ, %
1	Ca	0.4	1.2
2	Mg	0.2	0.6
3	CaO	0.56	2
4	MgO	0.3	1

II. Tài liệu tham khảo.

- Tiêu chuẩn này được xây dựng dựa theo: TCVN 5815:2001, TCVN 9284:2012 & TCVN 9285:2012

III. Nguyên tắc.

- Mẫu sau khi được phân hủy trong HNO₃ và HCl sẽ được định lượng bằng chuẩn độ với EDTA.
 - Xác định tổng Canxi – Magie** : Chuẩn độ tạo phức canxi và magie với EDTA ở pH 10. Dùng Eriomchrom T đen làm chỉ thị. Chỉ thị này tạo hợp chất màu đỏ hoặc tím với ion canxi và magie. Trong quá trình chuẩn độ EDTA trước hết phản ứng với các ion canxi và magie tự do, sau đó ở điểm tương đương phản ứng với các ion canxi và magie đã liên kết với chất chỉ thị giải phóng chỉ thị và làm màu dung dịch đổi từ đỏ sang xanh chàm.
 - Xác định Canxi** : Phương pháp dựa trên sự tạo thành phức complexon của ion canxi với trilon B trong môi trường kiềm pH > 12. Điểm kết thúc của quá trình chuẩn độ dựa trên sự đổi màu của chỉ thị Flourexon, đến khi quan sát thấy hết ánh huỳnh quang trên nền đen.

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 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 phân tích.

- Erlen 100 mL, 250 mL
- Beaker 100 mL, 500 mL
- Bình định mức 50 mL
- ống ly tâm 15 mL, 50 mL
- Bếp điện, 200°C
- Giấy lọc Whatman no.41
- Cân phân tích chính xác đến 0.01 g.
- Buret 25 mL, vạch chia nhỏ nhất 0.05.

II. Hoá chất và chất chuẩn.

1. Hoá chất.

- Nước cất khử ion
- Ammonium chloride - NH_4Cl : tinh khiết phân tích
- Dung dịch Amoniac 25%: tinh khiết phân tích
- Eriomchrom T đen: tinh khiết phân tích
- Muối dinatri EDTA sấy khô ở 80°C trong 2 giờ: tinh khiết phân tích
- CaCO_3 sấy ở 150°C trong 2 giờ: tinh khiết phân tích
- Acid HCl: tinh khiết phân tích
- Methyl đỏ: tinh khiết phân tích
- Ethanol: tinh khiết phân tích
- Kali hydroxyde: tinh khiết phân tích
- Kalichlorua: tinh khiết phân tích
- Kali cyanua: tinh khiết phân tích

2. Dung dịch hóa chất

- *Dung dịch đệm $\text{pH}=10.6$* : hòa tan 54 g NH_4Cl trong 350mL dung dịch amoniac 25% và 650mL nước cất. Khuấy cho tan hết muối và lắc đều dung dịch.
- *Dung dịch chuẩn EDTA 10mmol/L* : Muối dinatri EDTA sấy khô ở 80°C khoảng 2 giờ. Hòa tan 3.725g muối khô trong nước và pha thành 1000mL trong bình định mức.
- *Dung dịch chuẩn Canxi 25 mmol/L*: cân 2.5000g CaCO_3 (đã sấy ở 150°C trong 2 giờ, để nguội đến nhiệt độ trong phòng hút ẩm) vào bình nón 500mL. Thêm từng giọt acid clohidric 4 mol/L đến tan hoàn toàn. Tránh thêm dư acid. Thêm 200mL nước và đun sôi vài phút để đuổi khí CO_2 . làm nguội đến nhiệt độ phòng và thêm vài giọt dung dịch methyl đỏ. Thêm dung dịch amoniac 3 mol/L cho đến khi dung dịch chuyển sang màu da cam. Chuyển vào bình định mức 1000mL và định mức bằng nước.
- Eriomchrom T: 0.1% trong rượu etylic
- *Dung dịch KOH 20%* : hòa tan 200 g KOH trong 1000 mL nước cất.
- *Chỉ thị Flourexon*: 10 g KCl và 0.1 g chỉ thị Flourexon nghiền thật kỹ trong cối sứ.

3. **Chất chuẩn.**

- Trước khi chuẩn độ mẫu, cần kiểm tra lại nồng độ dung dịch chuẩn độ EDTA, tiến hành như sau:
 - Rút khoảng 2 mL dung dịch chuẩn *Canxi 25mmol/L*, vào erlen 250mL, thêm nước cất đến 100mL và 5mL dung dịch KOH 20%, thêm khoảng 30mg chỉ thị Flourexon. Sau mỗi lần cho thuốc thử nhớ lắc kỹ. Tiến hành chuẩn độ bằng EDTA, đến hết ánh huỳnh quang.
 - Nồng độ của EDTA được tính theo công thức:

$$C = \frac{C_1 * V_1}{V}$$

Trong đó:

- *C*: nồng độ EDTA, mmol/L
- *C1*: nồng độ canxi, mmol/L
- *V1*: thể tích dung dịch chuẩn Canxi lấy chuẩn độ, mL

- V : thể tích dung dịch EDTA chuẩn độ, mL

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.
 - o Mẫu Blank hóa chất: thực hiện song song với mẫu phân tích
 - o Mẫu Blank matrix: Mẫu blank phù hợp với nền mẫu phân tích.
 - o Mẫu QC 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.

- Chuẩn bị mẫu: Cân khoảng 1-2 g mẫu cho vào beaker 250 mL, thêm 15mL hỗn hợp $\text{HCl}:\text{HNO}_3=3:1$ ngâm ít nhất 4 giờ. Sau đó, đun nhẹ ở 120°C trong 1 giờ, tiếp tục tăng nhẹ nhiệt độ đến $<200^\circ\text{C}$, duy trì trong 3 giờ, và tiếp tục cô cạn, để mẫu nguội, thêm vào 5 mL HCl 10%, đun sôi 5 phút. Để mẫu nguội, chuyển toàn bộ vào bình định mức 50 mL.
- Chuẩn độ
 - o **Xác định riêng Canxi:** Rút khoảng 1-2 mL mẫu sau xử lý vào erlen 250mL, thêm nước cất đến 100mL, thêm 5-10mL dung dịch KOH 20% (sao cho $\text{pH} > 12$), thêm 5mL KCN . Sau cùng cho thêm khoảng 30mg chỉ thị Flourexon, lắc kĩ. Tiến hành chuẩn độ bằng EDTA, đến hết ánh huỳnh quang.
 - o **Xác định tổng Canxi và Magie:** Rút khoảng 1-2 mL mẫu sau xử lý vào erlen 250mL, thêm nước cất đến 100mL và lần lượt thêm 25mL dung dịch đệm, pH của dung dịch phải nằm trong khoảng 10, sau đó thêm 2-3 giọt chỉ thị Eriomchrom T đen. Tiến hành chuẩn độ bằng dung dịch EDTA tới khi màu chuyển từ đỏ nho sang xanh chàm.

C. TÍNH TOÁN KẾT QUẢ.

Kết quả được tính theo công thức sau:

1. Xác định Canxi và Canxi Oxide

$$C(\text{Ca}) = \frac{C_1 * V_1 * 40 * V_{dm}}{V * m * 10000}$$

$$C(\text{CaO}) = \frac{C_1 * V_1 * 56 * V_{dm}}{V * m * 10000}$$

Trong đó:

- o C : nồng độ canxi trong mẫu, %
- o C_1 : nồng độ EDTA, mmol/L
- o V_1 : thể tích dung dịch chuẩn EDTA chuẩn độ xác định Canxi, mL
- o V : thể tích mẫu chuẩn độ, mL
- o V_{dm} : thể tích định mức, mL
- o m : khối lượng mẫu ban đầu, g
- o 40 : nguyên tử khối của nguyên tố Canxi, g/mol

2 Xác định Magie và magie Oxide

$$C(Mg) = \frac{C_1 * (V_2 - V_1) * 24 * V_{dm}}{V * m * 10000}$$

$$C(MgO) = \frac{C_1 * (V_2 - V_1) * 40 * V_{dm}}{V * m * 10000}$$

Trong đó:

- o C : nồng độ Magie trong mẫu, mmol/L
- o C_1 : nồng độ EDTA, mmol/L
- o V_2 : thể tích dung dịch chuẩn EDTA chuẩn độ tổng canxi và magie, mL
- o V_1 : thể tích dung dịch chuẩn EDTA chuẩn độ xác định Canxi, mL
- o V : thể tích mẫu chuẩn độ, mL
- o V_{dm} : thể tích định mức
- o m : khối lượng mẫu ban đầu, g
- o 24: nguyên tử khối của nguyên tố Magie, g/mol

D. KIỂM SOÁT DỮ LIỆU QA/QC

- Mẫu lặp lại được thực hiện ít nhất 1 lần cho một lô mẫu (≤ 20 mẫu). Độ lệch tương đối giữa hai mẫu lặp lại không quá $\pm 10\%$.
- Mẫu QC 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