

[illegible]

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	<b>HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH</b>	Mã số: HD.TN.209 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 28/6/2017 Trang: 2/7
---	--	--

## **A. TỔNG QUAN**

### **I. Phạm vi áp dụng.**

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng phospho tổng số trong đất theo phương pháp so màu.

### **II. Tài liệu tham khảo.**

TCVN 8940: 1999 – Chất lượng đất – Xác định phospho tổng – Phương pháp so màu

### **III. Nguyên tắc.**

Sử dụng axit sunfuric và axit pecloric để phá mẫu và hòa tan các hợp chất phospho trong đất. Xác định hàm lượng phospho trong dung dịch bằng phương pháp đo màu.

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

Nhân viên phân tích phải tuân thủ các quy định về an toàn khi làm việc trong phòng thí nghiệm sau:

- Phải mặc bảo hộ lao động khi làm việc trong phòng thí nghiệm: áo Blouse, gang tay, mắt kính và khẩu trang.
- Các hóa chất phải được để đúng nơi quy định.
- Các hóa chất phải được thao tác trong tủ hút.
- Các hóa chất thải phải được thu hồi vào bình thu hồi đúng chủng loại để chuyển giao cho đơn vị có chức năng xử lý.
- Tuân thủ các quy tắc về phòng chống cháy nổ trong công ty.

## **B. PHÂN TÍCH**

### **I. Thiết bị và dụng cụ phân tích.**

- Cân phân tích có độ chính xác:  $\pm 0.1\text{mg}$
- Cân kỹ thuật có độ chính xác:  $\pm 0.01\text{g}$
- Bình nón dung tích 100mL; 250mL
- Cốc chịu nhiệt: dung tích 1000 ml,
- Máy quang phổ UV – Vis
- Tủ sấy;
- pH - mét;
- Bình định mức: dung tích 50 ml, 100ml, 1000 ml;
- Phễu lọc có đường kính từ 5 cm đến 10 cm;
- Pipet dung tích 1 ml, 2 ml, 5 ml, 10 ml;

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.209 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 28/6/2017 Trang: 3/7
---	----------------------------------	--

- Bình phá mẫu, dung tích 100 ml

## II. Hoá chất và chất chuẩn.

### 1. Hoá chất.

- Nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.
- Axit sunfuric, ( $\text{H}_2\text{SO}_4$   $\rho = 1,84\text{g/ml}$ )
- Axit pecloric, ( $\text{HClO}_4$  70%)
- Axit nitric, ( $\text{HNO}_3$ )
- Kali dihydro phosphat, ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ )
- Natri thiosunfat, ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ )
- Amoni molipdat, ( $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ )
- Kali antimon tactrat, ( $\text{KSbOC}_4\text{H}_4\text{O}$ )
- Axit ascorbic, ( $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$ )
- Chỉ thị 2,4 dinitrophenol, ( $\text{C}_6\text{H}_3\text{OH}(\text{NO}_2)_2$ )
- Amoni hydroxyt, ( $\text{NH}_4\text{OH}$ )

### 2. Các dung dịch thuốc thử

Tất cả các thuốc thử phải đạt độ tinh khiết phân tích và được pha với nước cất DI.

- Dung dịch axit sunfuric ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) 2 mol/l: Thêm từ từ 112 ml axit sunfuric đậm đặc vào khoảng 600 ml nước cất. Sau khi để nguội, định mức 1000 ml bằng nước.
- Dung dịch amoni hydroxyt 10%: Hòa tan 422 ml amoni hydroxyt vào trong 500 ml nước cất và định mức 1000 ml
- Dung dịch axit sunfuric ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) 10%: Thêm từ từ 60,6 ml axit sunfuric đậm đặc vào khoảng 100 ml nước cất. Sau khi để nguội, định mức 1000 ml bằng nước cất.
- Dung dịch axit sunfuric ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) 0,05 mol/l: Thêm từ từ 2,8 ml axit sunfuric đậm đặc vào khoảng 100 ml nước cất. Sau khi để nguội, định mức 1000 ml bằng nước cất.
- Hỗn hợp khử tạo màu:
  - ✓ Dung dịch amon molipdat 1,25 % trong dung dịch axit sunfuric 2,5 mol/l (dung dịch 1):
    - o Hòa tan 12,5 g amoni- molipdat trong 200 ml nước cất nóng 60 °C. Để nguội và lọc nếu đục (dung dịch A).

<p>CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ</p>	<p><b>HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH</b></p>	<p>Mã số: HD.TN.209 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 28/6/2017 Trang: 4/7</p>
--	---	--

- o Hòa tan từ từ 140 ml axit sunfuric đậm đặc vào 500 ml nước cất. Để nguội thu được (dung dịch B).
- o Rót từ từ dung dịch B vào dung dịch A và thêm nước cất cho vừa đủ 1 lit. Lắc trộn đều. Bảo quản dung dịch trong lọ thủy tinh màu.
- ✓ Dung dịch kali antimon tacrat 0,06 % (dung dịch 2):
  - o Hòa tan 60 mg kali antimon tacrat (5.1.8) trong nước cất và thêm nước cất đến 100 ml.
- ✓ Dung dịch axit ascorbic 2 % (Dung dịch 3)
  - o Hòa tan 2 g axit ascorbic (5.1.9) trong nước cất và thêm nước cất đến 100 ml. Dung dịch được chuẩn bị dùng trong ngày.
- ✓ Dung dịch hỗn hợp: Trộn ba dung dịch (dung dịch 1), (dung dịch 2), (dung dịch 3) theo thể tích với tỷ lệ 2:1:1. Dung dịch này được chuẩn bị ngay trước khi dùng.

### 3. Chỉ thị hỗn hợp

Chỉ thị 2,4 dinitrophenol, (C<sub>6</sub>H<sub>3</sub>OH(NO<sub>2</sub>)<sub>2</sub> 1%: Cân 1 g 2,4 dinitrophenol hòa tan trong 100 ml nước cất.

### 4. Chất chuẩn

Dung dịch chuẩn phospho (P): Cân chính xác 0,1098 g kali dihydro phosphat (đã sấy khô trong tủ sấy ở 40 °C), hòa tan vào 500 ml nước cất, sau đó thêm 25 ml dung dịch axit sunfuric và thêm nước cất đến vạch định mức 1000 ml . Trộn đều dung dịch thu được dung dịch tiêu chuẩn có nồng độ P là 25 mg/l.

## 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.

- Dụng đường chuẩn làm việc với ít nhất 5 điểm chuẩn.
- Mẫu Blank hóa chất
- Mẫu Lặp

## VI. xử lý mẫu.

### 1. Chuẩn bị mẫu.

- Lấy mẫu đất đại diện theo TCVN 7538 - 1 (ISO 10381 - 1).
- Xử lý sơ bộ mẫu đất theo TCVN 6647 (ISO 11464).

### 2. Phương pháp tiến hành.

#### a. Phá mẫu

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.209 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 28/6/2017 Trang: 5/7
---	----------------------------------	--

- Cân chính xác 1,0 g mẫu đất trên cân phân tích đã được xử lý sơ bộ đồng nhất, cho vào bình phá mẫu.
- Cho 10 ml axit sunfuric đậm đặc và 3 ml axit pecloric đậm đặc . Đun nhẹ (không sôi) cho đến khi hết màu đen của chất hữu cơ.
- Đun sôi trong 20 min.
- Nếu mẫu nhiều chất hữu cơ cho thêm 5 ml axit nitric đậm đặc và đun cho oxi hóa hết chất hữu cơ.
- Thêm 5 giọt axit pecloric đậm đặc và tiếp tục đun tới trắng mẫu.
- Để nguội và sau đó chuyển qua bình định mức 100 ml và thêm nước cất đến vạch định mức. lắc trộn đều, để lắng hoặc lọc.
- Tiến hành mẫu lặp và mẫu trắng không có đất, các bước tiến hành như với mẫu thử.
- Thực hiện mẫu blank tương tự như với mẫu.

b. **Xây dựng đường chuẩn**

- Chuẩn bị 7 bình định mức 50 ml. Lần lượt cho vào bình định mức theo thứ tự các thể tích dung dịch chuẩn phospho 25mg/L theo bảng sau :

Số thứ tự bình chuẩn	0	1	2	3	4	5	6	7	8
Số ml dung dịch P tiêu chuẩn 25 mg/l	0	0.04	0.1	0.2	0.4	0.8	1.2	1.6	2
Nồng độ mg P (mg/l)	0	0.02	0.05	0.1	0.2	0.4	0.6	0.8	1

Thực hiện tiếp như bước hiện màu

c. **Đối với mẫu:**

Tùy hàm lượng P trong mẫu mà có thể dùng từ 2-20mL mẫu, rồi thực hiện tiếp theo bước hiện màu. Mẫu lấy bao nhiêu mL đi hiện màu thì blank cũng lấy bấy nhiêu mL.

d. **Yếu tố cản trở**

- Trường hợp mẫu đất chứa hàm lượng sắt di động cao có thể gây ảnh hưởng đến kết quả xác định phospho tổng số. Để khắc phục ảnh hưởng của sắt, nên dùng natri thiosunfat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) để khử sắt, sau đó điều chỉnh môi trường dung dịch về khoảng pH 4,8 (dùng giấy công gô đỏ làm chỉ thị), trước khi tiến hành tạo màu.

e. **Hiện màu**

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	<b>HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH</b>	Mã số: HD.TN.209 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 28/6/2017 Trang: 6/7
---	--	--

- Thêm khoảng 30 ml nước và vài giọt chỉ thị 2,4 dinitrophenol 1 %.
- Điều chỉnh môi trường dung dịch: trung hòa axit dư bằng từng giọt amoni hydroxyt 10% cho đến khi dung dịch chuyển màu vàng, sau đó axit hóa bằng vài giọt axit sunfuric 10% cho hết màu vàng.
- Thêm từ từ 8 ml hỗn hợp thuốc thử tạo màu , thêm nước cất đến vạch 50 ml. Lắc đều dung dịch.

f. **Đo màu trên UV – Vis:**

- Sau khi cho hỗn hợp khử khoảng 20 min, đo mật độ quang của dung dịch trên máy quang phổ tại bước sóng 882 nm hoặc 720 nm. Màu bền trong 24 giờ ở 20 °C

**C. TÍNH TOÁN KẾT QUẢ.**

- Lập đồ thị tương quan giữa mật độ quang đo được với nồng độ phospho trong các dung dịch chuẩn
- Căn cứ mật độ quang đo được của từng dung dịch mẫu và dựa vào đường chuẩn suy ra nồng độ P trong dung dịch mẫu.

1. Từ nồng độ P trong dung dịch của từng mẫu, tính lượng % P trong đất theo Công thức (1):

$$(\%)P = \frac{(a-b) \times V_1 \times k}{V_2 \times m \times 10^4} \quad (1)$$

Trong đó

- o  $a$ : Hàm lượng P trong dung dịch xác định. (mg/l)
- o  $b$ : Hàm lượng P trong dung dịch mẫu trắng. (mg/l)
- o  $V_1$ : Thể tích dung dịch định mức sau khi phá mẫu. (ml)
- o  $V_2$ : Thể tích dung dịch lấy để tạo màu. (ml)
- o  $m$ : Khối lượng mẫu cân tính bằng gam (g);
- o  $k$ : Hệ số khô kiệt của mẫu.

2. Hàm lượng (%)  $P_2O_5$  được chuyển đổi theo Công thức (2):

$$(\%)P_2O_5 = (\%P) \times 2,31$$

**D. KIỂM SOÁT DỮ LIỆU QA/QC**

- ✓ Đường chuẩn tuyến tính ít nhất 5 điểm với  $R \geq 0.995$
- ✓ Mẫu Blank không phát hiện hoặc phát hiện  $< LOD$

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	<b>HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH</b>	Mã số: HD.TN.209 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 28/6/2017 Trang: 7/7
---	--	--

- ✓ Độ lặp của mẫu lặp có độ lệch không ủa 10%

**E. BÁO CÁO KẾT QUẢ.**

Kết quả phân tích được báo cáo theo biểu mẫu BM.15.04a bao gồm các thông tin sau:

- Viện dẫn tiêu chuẩn này;
- Đặc điểm nhận dạng mẫu;
- Thời gian phân tích.
- Đường chuẩn và khoảng tuyến tính của đường chuẩn
- Kết quả mẫu Blank, mẫu và mẫu lặp được tính bằng %