

Biên soạn	Xem xét	Phê duyệt
Trình Thị Minh Nguyệt	Trần Thái Vũ	Trần Thái Vũ

[illegible]

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.170 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 28/6/2017 Trang: 2/6
---	----------------------------------	--

A. TỔNG QUAN

I. Phạm vi áp dụng.

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng phospho dễ tiêu của đất dựa theo phương pháp Oniani.

II. Tài liệu tham khảo.

TCVN 5256: 2009 – Chất lượng đất – phương pháp xác định hàm lượng phospho dễ tiêu

III. Nguyên tắc.

Dùng dung dịch axit sunfuric 0,05 mol/l hòa tan các dạng phospho dễ tiêu trong đất. Xác định hàm lượng phospho trong dịch chiết bằng phương pháp đo màu với “màu xanh molybden” dùng dung dịch thiếc (II) clorua làm chất khử.

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: $\pm 0.01\text{g}$
- Máy lắc
- Máy so màu
- Bình tam giác dung tích 250 ml
- Bình định mức dung tích 50 ml, 1000 ml
- Phễu lọc có đường kính từ 5 cm đến 10 cm.
- Pipet dung tích 1 ml, 2 ml, 5 ml, 10 ml
- Cốc chịu nhiệt dung tích 1000 ml
- Giấy lọc băng xanh (giấy lọc định lượng)

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.170 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 28/6/2017 Trang: 3/6
---	----------------------------------	--

- Máy cất nước khử Ion

II. Hoá chất và chất chuẩn.

1. Hoá chất.

- Nước cất hai lần khử ion (DI)
- Axit sunfuric đậm đặc ($d = 1,84$) (H_2SO_4)
- Amoni molybdat $[(NH_4)_6Mo_7O_{24}.4H_2O]$
- Thiếc (II) clorua ($SnCl_2.2H_2O$)
- Thiếc kim loại (Sn)
- Axit clohydric (HCl)
- Kalidihydro photphat (KH_2PO_4)

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 0,05 mol/l
 - ✓ Pha cẩn thận 2,8 ml axit sunfuric đậm đặc vào nước cất. Để nguội rồi thêm nước cất đến 1 000 ml.
 - ✓ Xác định nồng độ chính xác của dung dịch axit sunfuric bằng dung dịch chuẩn natri hydroxit 0,1 mol/l, chỉ thị màu phenolftalein;
 - ✓ Nồng độ axit sunfuric phải nằm trong khoảng từ 0,045 mol/l đến 0,055 mol/l. Nếu sai lệch phải điều chỉnh bằng dung dịch axit sunfuric 0,025 mol/l hoặc dung dịch natri hydroxit 0,5 mol/l.
- Dung dịch amoni molybdat trong axit sunfuric 5 mol/l
 - ✓ Chuẩn bị dung dịch axit sunfuric: lấy một cốc chịu nhiệt 1000 ml có đựng sẵn 500 ml nước cất. Rót từ từ và vừa rót vừa khuấy 250 ml axit sunfuric đậm đặc ($d = 1,84$). Để nguội dung dịch.
 - ✓ Chuẩn bị dung dịch amoni molybdat: hòa tan 25 g amoni molybdat vào 200 ml nước cất đã được đun nóng ở 60 °C. Lọc rồi để nguội.
 - ✓ Rót từ từ dung dịch amoni molybdat vào dung dịch axit sunfuric. Khuấy đều và để nguội. Sau đó thêm nước cất đến 1 000 ml.
- Dung dịch thiếc (II) clorua

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.170 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 28/6/2017 Trang: 4/6
---	--	--

- ✓ Dùng cân phân tích cân 2,5 g thiếc (II) clorua cho vào cốc chịu nhiệt có sẵn 20 ml axit clohydric đậm đặc ($d = 1,19$) thêm vào vài hạt thiếc kim loại và đun nhẹ. Sau đó để nguội và thêm nước cất đến 100 ml. Lọc lấy dịch trong. Đựng dịch trong lọ màu tối và bảo quản lạnh. Dung dịch thiếc (II) clorua không bền, sau khi pha cần sử dụng ngay.
- ✓ Có thể chuẩn bị dung dịch thiếc (II) clorua từ thiếc kim loại: cân khoảng 0,15 g bột thiếc cho vào cốc đã đựng sẵn 4 ml axit clohydric đậm đặc ($d = 1,19$) rồi đun cách thủy cho tan hết bột thiếc. Thêm nước thành 10 ml. Lọc lấy dịch trong.

3. Dung dịch chuẩn

➤ Dung dịch chuẩn phospho

- ✓ Cân chính xác bằng cân phân tích 0,1917 g kalidihydro phosphat khô, hòa tan thành 1000 ml dung dịch trong bình định mức bằng dung dịch axit sunfuric 0,05 mol/l thu được dung dịch có nồng độ P_2O_5 là 0,1 mg/ml. Bảo quản lạnh trong lọ có màu.
- ✓ Pha loãng dung dịch chuẩn gốc 10 lần bằng dung dịch axit sunfuric 0,05 mol/l ta có dung dịch chuẩn sử dụng có nồng độ P_2O_5 là 0,01 mg/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.

- Mẫu Lặp
- Phải tiến hành thực hiện mẫu trắng với mỗi lần xác định.

IV. Các yếu tố cản trở

- Hàm lượng ion Fe^{3+} trong dung dịch phân tích vượt quá 1,8 mg trong 50 ml dịch so màu sẽ cản trở sự tạo thành “màu xanh molybden”. Trong trường hợp đó phải khử Fe^{3+} bằng các phương pháp khử thông thường như dùng axit ascorbic hay natri bisunfit.
- Nồng độ H^+ ảnh hưởng mạnh đến mức độ tạo màu (pH thích hợp khoảng 4). Do đó cần tuân thủ nghiêm ngặt các quy định về nồng độ, lượng sử dụng các dung dịch axit.
- Sự tạo màu phụ thuộc thời gian, nhiệt độ và màu không bền. Do đó cần tiến hành đo màu các mẫu cùng điều kiện và nhiệt độ, thời gian sau khi hiện màu và phải đo màu không quá 10 phút sau khi hiện màu.

V. xử lý mẫu.

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.170 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 28/6/2017 Trang: 5/6
---	----------------------------------	--

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. Chiết

Dùng cân kỹ thuật cân 4,0 g mẫu đất cho vào bình tam giác có dung tích 250 ml. Thêm 100 ml dung dịch axit sunfuric 0,05 mol/l. Lắc trong 5 min và lọc qua giấy lọc mịn (băng xanh). Nếu dịch lọc đục thì phải làm lại.

b. Hiện màu

- Dùng pipét hút 20 ml dịch lọc cho vào bình định mức 50 ml.
- Thêm 2 ml dung dịch amoni molybdat trong axit sunfuric 5 mol/l.
- Lắc đều dung dịch và thêm 5 giọt dung dịch thiếc (II) clorua rồi thêm nước cất đến vạch.
- Đo màu của dung dịch trên máy so màu tại bước sóng 720 nm sau khi hiện màu không quá 10 phút.

c. Lập thang chuẩn và đường chuẩn

- Chuẩn bị 8 bình định mức dung tích 50 ml có đánh số thứ tự từ 0 đến 10. Dùng pipét lần lượt hút dung dịch chuẩn sử dụng (P_2O_5 có nồng độ 0,01 mg/ml) vào các bình theo thể tích ghi trong bảng sau:

Số thứ tự	0	1	2	3	4	5	6	7
Số ml dung dịch chuẩn	0	1	2	3	4	5	6	7
mg P_2O_5 /l	0	0,20	0,40	0,60	0,80	1,00	1,20	1,40

- Thêm vào mỗi bình 20mL nước cất. Sau đó lên màu và đo màu như với dung dịch phân tích (theo V.2.b) và ghi mật độ quang từng mẫu chuẩn.
- Lập đường chuẩn trực hoành ghi nồng độ của các dung dịch chuẩn, trục tung ghi mật độ quang tương ứng đo được. Xác định tọa độ từng mẫu chuẩn và vẽ đường chuẩn.

C. **TÍNH TOÁN KẾT QUẢ.**

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.170 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 28/6/2017 Trang: 6/6
---	--	--

- Căn cứ mật độ quang đo được của từng dịch mẫu đất và dựa vào đường chuẩn suy ra nồng độ P_2O_5 trong dịch so màu của đất.
- Từ nồng độ P_2O_5 trong dịch so màu của từng mẫu đất, tính lượng P_2O_5 trong 100 g đất.

$$C \text{ (mg } P_2O_5 / 100g) = \frac{Co \times V_3 \times V_1}{V_2 \times m \times 10}$$

Trong đó:

Co: Nồng độ của mẫu tính theo đường chuẩn

V_3 : Thể tích dung dịch định mức sau hiện màu, mL

V_2 : Thể tích dung dịch lấy đi hiện màu, mL

V_1 : Thể tích chiết mẫu, mL

m: khối lượng cân, g

- Kết quả là trung bình cộng của các lần xác định có sai lệch giá trị không quá 20 %.

D. **KIỂM SOÁT DỮ LIỆU QA/QC**

- Hiệu suất thu hồi mẫu QC kiểm tra độ kín:
- Mẫu Blank không phát hiện hoặc phát hiện < LOD
- Độ lặp của mẫu lặp có độ lệch không quá 10%

E. **BÁO CÁO KẾT QUẢ.**

Kết quả phân tích được báo cáo theo biểu mẫu BM.15.04b 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 được tính bằng mg/100g.
- Kết quả được biểu diễn với 2 số lẻ sau dấu phẩy.