

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.122 Ngày ban hành:02 Lần ban hành:25/10/2017 Trang: 1/4
---	----------------------------------	---

XÁC ĐỊNH CÁC BON HỮU CƠ TỔNG SỐ TRONG PHÂN BÓN PHƯƠNG PHÁP WALKLEY BLACK

Biên soạn	Xem xét	Phê duyệt
Phạm Thị Kim Cúc	Trịnh Thị Minh Nguyệt	Trần Thái Vũ

THEO DÕI SỬA ĐỔI TÀI LIỆU

STT	Vị trí	Nội dung sửa đổi	Ngày sửa đổi
1.	Header	Thay đổi formate SOP	25/10/2017

A. TỔNG QUAN

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.122 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 25/10/2017 Trang: 2/4
---	--	---

I. Phạm vi áp dụng.

- Quy trình này đã được xác nhận giá trị sử dụng phù hợp theo TCVN 9294:2012.
- Quy trình này được sử dụng để xác định tổng hàm lượng hữu cơ trong phân bón.
- Lượng mẫu tối thiểu để thực hiện phân tích là 100 g.

II. Tài liệu tham khảo.

- TCVN 9294:2012.

III. Nguyên tắc.

- Oxy hóa chất hữu cơ trong đất bằng một lượng dư dung dịch kali bicromat trong môi trường acid sulfuric đậm đặc, chuẩn độ lượng kali bicromat dư bằng muối mohl để xác định hàm lượng hữu cơ trong mẫu.

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, găng 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

1. Thiết bị

- Cân phân tích có độ chính xác 0.0001g
- Tủ sấy có nhiệt độ $50 - 200^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$
- 2. Dụng cụ phân tích
 - Pipet thủy tinh (thể tích 5mL và 10mL, 25mL)
 - Buret thủy tinh (thể tích 25mL và 10mL)
 - Micro Pipet: có thể điều chỉnh được thể tích (100-1000 μl)
 - Các bình erlen 150ml; 250ml.
 - Các bình định mức 50mL; 100mL; 500mL; 1000mL.

II. Hoá chất và chất chuẩn.

1. Hóa chất

- $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$: Tinh khiết phân tích
- Muối Morh $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2$: Tinh khiết phân tích
- H_3PO_4 : Tinh khiết phân tích
- H_2SO_4 : Tinh khiết phân tích.
- $\text{FeSO}_4.7\text{H}_2\text{O}$: Tinh khiết phân tích
- O - Phenantroline
- Nước cất DI

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.122 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 25/10/2017 Trang: 3/4
---	--	---

Lưu ý

- Chỉ sử dụng nước deion để pha hoá chất và chất chuẩn. Các hoá chất sử dụng phải đạt độ tinh khiết phân tích.
- Công tác chuẩn bị tất cả các hóa chất và chất chuẩn phải được ghi lại đầy đủ vào sổ nhật ký pha hóa chất. Dung dịch đã chuẩn bị phải được chứa vào các lọ có dán nhãn thích hợp.
- Những hóa chất thương mại khi sử dụng lần đầu phải dán nhãn và ghi ngày mở trên vỏ chai.
- Với tất cả các dung dịch chuẩn đã chuẩn bị, ghi chép lại nguồn gốc chất chuẩn, ngày pha, ngày hết hạn. Chai chất chuẩn sử dụng lần đầu phải ghi ngày mở vào sổ nhật ký kiểm soát chất lượng.

2. dung dịch hoá chất

- $K_2Cr_2O_7$ 1N: Cân 49.04g $K_2Cr_2O_7$ đã được sấy khô ở $105^\circ C$ hòa tan trong nước cất khử ion và định mức thành 1L,
- Muối Mohr 0.5N: Cân 196g $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2$ hòa tan trong nước cất khử ion đến 800ml, thêm 50ml H_2SO_4 đđ và định mức thành 1L, nếu dung dịch đục thì phải lọc. Bảo quản trong lọ màu nâu kín ở $20^\circ C$, sau đó xác định lại nồng độ chính xác bằng $K_2Cr_2O_7$ 1N chuẩn.
- Thuốc thử ferroin: Cân 1.485g O-phenanthroline monohydrate, thêm 0.695g $FeSO_4.7H_2O$ và định mức thành 100ml, đựng trong chai tối để tránh ánh sáng.

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 ít nhất 2 blank
- Mẫu Lặp

IV. Thực hiện Phân tích

1. Chuẩn bị mẫu.

a. Đối với mẫu dạng rắn:

- Nghiền mịn mẫu và trộn đều mẫu cho đồng nhất
- Nếu mẫu có độ ẩm lớn thì phải đem phơi khô ở nhiệt độ $70^\circ C$, sau đó xác định độ ẩm và hệ số khô kiệt để chuyển đổi về khối lượng ban đầu
- Các mẫu phân có trộn phân ure thì phải rửa hết ure như sau:
 - Cân 20g mẫu vào cốc 250ml
 - Thêm 100ml dd HCl 0.01N, khuấy nhẹ, rửa, gạn nhiều lần qua phễu lọc đã biết khối lượng giấy lọc, rồi dồn tất cả cặn trong cốc qua giấy lọc, gom lấy cặn, loại bỏ nước.
 - Sấy khô cặn và giấy ở nhiệt độ $70^\circ C$ trong 4h
 - Cân khối lượng cặn và giấy lọc, tính ra khối lượng cặn khô, tính ra hệ số chuyển đổi từ khối lượng mẫu khô sang khối lượng thực tế ban đầu.

b. Đối với phân bón dạng lỏng:

- Trộn đều mẫu trước khi phân tích.

2. Thực hiện phân tích:

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.122 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 25/10/2017 Trang: 4/4
---	--	---

- Nếu mẫu phân bón chứa nhiều chất hữu cơ thì cân khoảng 0.1-0.5g mẫu tùy thuộc vào hàm lượng chất hữu cơ có trong mẫu, còn nếu mẫu phân bón chứa hàm lượng chất hữu cơ ít thì cân khoảng 1-2g mẫu cho vào erlen 250ml.
- Thêm vào erlen 25ml $K_2Cr_2O_7$ 1N, lắc đều cho hòa tan hết mẫu, thêm 40ml H_2SO_4 đđ, lắc để trộn đều hỗn hợp (khi cho acid vào dung dịch nhiệt độ tỏa ra rất lớn nên ta cho acid vào từ từ và lắc đều để đảm bảo nhiệt độ trong erlen không vượt quá $135^\circ C$), sau đó để yên trên tấm cách nhiệt 30 phút.
- Thêm vào 100ml nước cất khử ion, 10ml H_3PO_4 đđ, lắc đều để nguội đến nhiệt độ phòng.
- Làm hai mẫu trắng song song.

Chú thích: nếu mẫu sau khi oxi hóa có màu xanh thì phải tiến hành lại với lượng mẫu ít hơn hoặc tăng thể tích $K_2Cr_2O_7$

3. Chuẩn độ:

- Thêm vài giọt chỉ thị màu vào mẫu sau phản ứng và chuẩn độ lượng dư của $K_2Cr_2O_7$ bằng muối morh tới màu của dung dịch thay đổi.

Lưu ý: Sau khi mẫu được oxi hóa thể tích chuẩn độ phải lớn hơn 40% so với mẫu trắng, nếu nhỏ hơn thì phải tiến hành làm lại với lượng mẫu nhỏ hơn.

C. TÍNH TOÁN KẾT QUẢ.

- Hàm lượng total organic carbon trong mẫu được xác định như sau:

- Hàm lượng chất hữu cơ trong mẫu: $OM(\%) = OC(\%) \times 2.2$

Trong đó:

- o A: mL NaOH chuẩn độ mẫu trắng.
- o B: mL NaOH chuẩn độ mẫu.
- o m: khối lượng mẫu (g)
- o N: nồng độ chính xác của muối Mohr dùng để chuẩn độ.
- o 0.003: ứng với 1ml $Cr_2O_7^{2-}$ 1N thì có 3mg carbon
- o 100/75: Hệ số quy đổi (do phương pháp này có khả năng oxy hóa khoảng 75 % tổng lượng cacbon hữu cơ)

D. BẢO ĐẢM CHẤT LƯỢNG KẾT QUẢ PHÂN TÍCH

- Kết quả phép thử là giá trị trung bình các kết quả của ít nhất hai lần thử được tiến hành song song. Nếu sai lệch giữa các lần thử lớn hơn 10% giá trị tương đối thì phải tiến hành làm lại

E. BÁO CÁO KẾT QUẢ.

Kết quả phân tích được báo cáo theo biểu mẫu BM.15.04b và BM.15.06