

**XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG ACID TỰ DO TRONG PHÂN BÓN
BẰNG PHƯƠNG PHÁP TRỌNG LƯỢNG VỚI KỸ THUẬT
SẤY KHÔ**
**(DETERMINATION FOR FREE ACID IN FERTILIZERS BY
GRAVIMETRIC METHOD)**

Nhân viên biên soạn	Nhân viên xem xét	Nhân viên phê duyệt
Phạm Thị Kim Cúc	Trần Thái Vũ	Trần Thái Vũ

THEO DÕI SỬA ĐỔI TÀI LIỆU

[illegible]

A. GIỚI THIỆU

1. Phạm vi áp dụng

- Phương pháp này được áp dụng để xác định hàm lượng acid tự do trong các loại phân có dư acid.
- Giới hạn phát hiện của phương pháp: 0.05% H_2SO_4
- Giới hạn định lượng của phương pháp: 0.15% H_2SO_4

2. Tài liệu tham khảo

Tiêu chuẩn này được xây dựng dựa theo: TCVN 9292:2012

4. Nguyên tắc

Chuẩn độ lượng acid tự do có trong phân bón bằng dung dịch NaOH, sử dụng chỉ thị màu hỗn hợp methyl đỏ, methyl xanh.

B.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.

C. THIẾT BỊ, DỤNG CỤ

- Bình định mức,
- Cân phân tích,
- Bình tam giác,
- Buret,
- Cốc,
- Pipet,
- Phễu lọc.

D. HÓA CHẤT VÀ DUNG DỊCH CHẤT CHUẨN

Hóa chất sử dụng là loại tinh khiết dùng cho phân tích

- Nước cất,
- NaOH,
- Chỉ thị màu methyl đỏ, methyl xanh

Dung dịch hóa chất

- NaOH 1M và 0.05M: cân 40g NaOH hòa tan bằng 600ml nước cất, chuyển vào bình định mức 1L, thêm nước đến vạch. Pha loãng dung dịch NaOH 1M 20 lần thu được dung dịch

NaOH 0.05M. Dung dịch NaOH được bảo quản kín trong bình nhựa và kiểm tra lại nồng độ trước khi sử dụng bằng dung dịch $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ có nồng độ tương đương.

- Hỗn hợp chỉ thị: hòa tan 0.2g methyl đỏ trong 100ml cồn. Hòa tan 0.1g methyl xanh trong 100ml cồn. Trộn hai dung dịch lại theo tỷ lệ 1:1.

E. KIỂM SOÁT QA/QC:

Trong mỗi đợt phân tích, nhân viên phân tích phải thực hiện các mẫu sau để đảm bảo kết quả phân tích:

- Mẫu blank
- Mẫu lặp.

F. PHƯƠNG PHÁP TIẾN HÀNH

1. Chuẩn bị mẫu:

Nghiền mịn và trộn đều mẫu

Nếu mẫu có độ ẩm cao có thể cân một lượng mẫu xác định, sấy khô ở 70°C , xác định độ ẩm và nghiền mịn mẫu. Lưu ý khi tính kết quả phải nhân với hệ số chuyển đổi từ khối lượng mẫu khô sang khối lượng thực tế ban đầu.

Trong trường hợp phân bón là supe photphat đơn có thể áp dụng theo TCVN 4440-2004.

2. Cách tiến hành:

- Cân 5g đến 10g mẫu cho vào bình tam giác 500ml
- Thêm 250ml nước cất, lắc trong 60 phút.
- Lọc qua giấy lọc, thu dịch lọc vào bình tam giác 250ml.
- Lấy chính xác 100ml dung dịch lọc vào cốc 250ml.
- Thêm 3 giọt chỉ thị, chuẩn độ bằng NaOH 0.05M cho đến khi dung dịch từ màu tím đỏ sang màu xanh lục.

F. YÊU CẦU VỀ ĐỘ TIN CẬY CỦA PHÉP PHÂN TÍCH

- Kết quả phân tích là giá trị trung bình của hai phép xác định liên tiếp, chênh lệch giữa các lần thử không lớn hơn 5% giá trị tương đối.
- Kết quả mẫu blank phải nhỏ hơn giá trị LOD.

G. TÍNH KẾT QUẢ

- Hàm lượng acid tự do trong mẫu quy về H_2SO_4 , tính theo % khối lượng:

$$X (\%) = \frac{0.04904 * a * M * 100}{m}$$

a: Thể tích dung dịch NaOH chuẩn độ (ml).

M: Nồng độ NaOH (C_M).

m: khối lượng mẫu tương ứng với lượng dung dịch mang đi chuẩn độ (g).

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC	Mã số: HD.TN.240 Lần ban hành: 01 Ngày ban hành: 15/10/2017 Trang: 4/4
---	------------------------	---

0.04904 là hệ số biểu thị số gam H_2SO_4 tương ứng với 1ml dung dịch NaOH 1M, hệ số này chỉ áp dụng cho phân bón là supe photphat và amoni sunphat.

Lưu ý: trong trường hợp phân bón là amoni nitrat thì hệ số là 0.06302 (tính theo HNO_3). Nếu hàm lượng acid tự do quy về P_2O_5 thì sử dụng hệ số 0.071.

H. BÁO CÁO KẾT QUẢ

Kết quả báo cáo phân tích được ghi nhận lại trong phiếu phân tích, bao gồm:

- Mã số mẫu, ngày phân tích, thiết bị phân tích...
- Khối lượng của mẫu thử,
- Kết quả của mẫu trắng, mẫu thử,
- Giới hạn phát hiện của phương pháp,
- Những ghi nhận hay thay đổi khác (nếu có).