

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC	Mã số: HD.TN.121 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 15/10/2017 Trang: 1/6
--	----------------------------	--

**ĐỊNH LƯỢNG ACID FULVIC VÀ HUMIC TRONG PHÂN
BÓN BẰNG PHƯƠNG PHÁP CHUẨN ĐỘ
(DETRMINATION OF HUMIC AND FULVIC ACID IN
FERTILIZER BY TITRATION METHOD)**

Nhân viên biên soạn	Nhân viên xem xét	Nhân viên phê duyệt
Phạm Thị Kim Cúc	Trịnh Thị Minh Nguyệt	Trịnh Thị Minh Nguyệt

THEO DÕI SỬA ĐỔI TÀI LIỆU

STT	Vị trí	Nội dung sửa đổi	Ngày sửa đổi
1.		Thay đổi Format SOP	15/10/2017

<p>CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ</p>	<p>HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC</p>	<p>Mã số: HD.TN.121 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 15/10/2017 Trang: 2/6</p>
---	-----------------------------------	---

A. GIỚI THIỆU

I. Phạm vi áp dụng

- Phương pháp này được áp dụng để xác định acid humic và fulvic trong các loại phân bón, chất phế thải có chứa chất hữu cơ như: phân hữu cơ truyền thống, phân hữu cơ chế biến công nghiệp, phân hữu cơ sinh học, phân hữu cơ khoáng, phân hữu cơ vi sinh, than bùn và phế thải hữu cơ từ các nguồn khác nhau.

II. Tài liệu tham khảo

- Tiêu chuẩn này được xây dựng dựa theo: TCVN 8561:2010

III. Nguyên tắc

- Tiêu chuẩn này dựa theo phương pháp Walkley-Black. Các chất hữu cơ trong mẫu được phân hủy bằng dung dịch $K_2Cr_2O_7$ dư trong môi trường acid H_2SO_4 đậm đặc, sử dụng nhiệt do quá trình hòa tan acid H_2SO_4 đổ vào dung dịch $K_2Cr_2O_7$. Sau đó chuẩn độ lượng dư $K_2Cr_2O_7$ bằng muối Morh để xác định hàm lượng humic.
- Dựa vào tính hòa tan của acid humic và fulvic trong môi trường kiềm, xác định tổng acid humic và fulvic. Dựa vào tính không hòa tan trong môi trường acid của hai acid này để tách riêng và từ đó suy ra hàm lượng acid fulvic.

IV. Thông tin an toàn phòng thử 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.
- Tuân thủ các nguyên tắc hoạt động trong phòng thí nghiệm.
- Báo cáo tất cả các vấn đề gây tổn thương tới con người và các sự cố gây đổ vỡ hóa chất.
- Acid sulfuric gây bỏng nặng rất nguy hiểm, nên cần tuân thủ nghiêm ngặt các yêu cầu trong phòng thí nghiệm là sử dụng áo blouse, tủ hút, găng tay, khẩu trang, kính bảo hộ lao động khi cần thiết.
- Các chất thải độc hại phải được thu gom vào bình chứa riêng biệt và có dán nhãn nhận biết.

B. PHÂN TÍCH

Thiết bị và dụng cụ

- Cân phân tích, độ chính xác 0,001 g và 0.0001 g
- Erlen 250ml chịu nhiệt.
- Buret 25ml.
- Pipet 25ml, 10ml, 5ml, 2ml.
- Bình định mức 100ml.
- Bể đánh siêu âm.
- Bếp đun cách thủy.
- Phễu lọc và giấy lọc.

Hóa chất và dung dịch hóa chất

1. Hóa chất

- H_2SO_4 đđ (PA).
- H_3PO_4 đđ (PA).
- $K_2Cr_2O_7$ (PA).
- $FeSO_4(NH_4)SO_4.6H_2O$.

<p>CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ</p>	<p>HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC</p>	<p>Mã số: HD.TN.121 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 15/10/2017 Trang: 3/6</p>
---	-----------------------------------	---

- $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ và $\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$.
- $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ và NaOH
- Nước cất.

2. Chuẩn bị hoá chất:

- Dung dịch $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 1N: cân 49.04g $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ đã sấy khô ở 105°C trong 2h, vào bình định mức 1L và hòa tan bằng nước cất tới vạch.
- Dung dịch muối Mohr 0.5N: Cân 196.4g $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2$ hòa tan trong 800ml nước cất, thêm 50ml H_2SO_4 đđ và định mức thành 1L, nếu dung dịch đục thì phải lọc, sau đó chuẩn lại nồng độ chính xác bằng $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 0.5N chuẩn.
- Thuốc thử feroin: Cân 1.485g O-phenanthrolin monohydrate, thêm 0.695g $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ và định mức thành 100ml.
- Dung dịch hỗn hợp natrihydroxit-pyrophotphat pH=13: Cân 44.6g $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ và 4g NaOH vào cốc dung tích 1L, thêm 400ml nước, khuấy tan, và định mức tới vạch.
- Dung dịch H_2SO_4 1N: hút 28ml H_2SO_4 đđ hòa tan trong 800ml và định mức vào bình định mức 1L.
- Dung dịch H_2SO_4 0.01N, 0.05N: pha từ dung dịch H_2SO_4 1N
- NaOH 0.05N: Cân 2g NaOH hòa tan trong nước và định mức tới vạch 1L.

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

Thực hiện phân tích

1. Chuẩn bị mẫu

- Nghiền mịn và trộn đều mẫu
- Nếu mẫu có độ ẩm cao, sấy khô ở 70°C , xác định độ ẩm, nghiền mịn mẫu.
- Các mẫu phân hữu cơ có trộn ure thì phải rửa hết ure trước khi xác định, cách rửa ure xem phụ lục.

2. Tiến hành phân tích:

- Cân khoảng $5 \pm 0.001\text{g}$ mẫu đã được xử lý theo cho vào erlen 250ml.
- Thêm 100ml dung dịch đệm.
- Lắc đều trong 1h và để qua đêm.
- Lọc qua giấy lọc.

a. Xác định tổng acid humic và acid fulvic:

- Lấy 5ml dung dịch trên cho vào erlen 250ml, trung hòa bằng dung dịch H_2SO_4 1N cho đến khi xuất hiện kết tủa.
- Cô Cạn trên bếp cách thủy đến gần khô
- Thêm 10ml $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 1N, thêm nhanh 20ml H_2SO_4 đđ, lắc nhẹ để trộn đều.
- Đặt bình lên trên tấm cách nhiệt để yên trong thời gian 30 phút.
- Sau đó thêm 100ml nước cất và 10ml H_3PO_4 đđ, để nguội ở nhiệt độ phòng.
- Chuẩn độ lượng $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ dư bằng muối Mohr với chỉ thị feroin tới khi dung dịch chuyển màu đỏ gạch.

<p>CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ</p>	<p>HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC</p>	<p>Mã số: HD.TN.121 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 15/10/2017 Trang: 4/6</p>
---	-----------------------------------	---

- Tiến hành làm mẫu trắng song song cùng điều kiện với mẫu thử.

b. Xác định hàm lượng acid humic:

- Lấy chính xác 5ml dung dịch gốc cho vào erlen 250ml,
- Kết tủa acid humic bằng H_2SO_4 1N, lắc đều tới khi pH=1 (kiểm tra bằng pH kế)
- Đun nóng trên bếp cách thủy 1h đến 2h để thúc đẩy thêm quá trình keo tụ acid humic. Sau đó để nguội dung dịch.
- Lọc lấy kết tủa trên giấy lọc, loại bỏ dịch lọc. Rửa cặn nhiều lần bằng H_2SO_4 0.1N
- Hòa tan kết tủa trên giấy lọc bằng NaOH 0.05N nóng và định mức vào bình định mức 100ml.
- Hút 10ml dung dịch trên vào erlen 250ml, trung hòa bằng H_2SO_4 0.05N tới khi xuất hiện kết tủa.
- Cô cạn trên bếp cách thủy tới gần khô,
- Thêm 25ml $K_2Cr_2O_7$ 1N, thêm nhanh 10ml H_2SO_4 đđ, lắc nhẹ để trộn đều.
- Đặt trên tấm cách nhiệt và để yên trong 30 phút,
- Thêm 100ml nước cất và 10ml H_3PO_4 đđ, để nguội tới nhiệt độ phòng.
- Tiến hành làm mẫu trắng song song và cùng điều kiện với mẫu thử.
- Chuẩn độ lượng $K_2Cr_2O_7$ dư bằng muối Mohr với chỉ thị ferroin tới khi xuất hiện màu đỏ gạch.

Lưu ý: Nếu thể tích muối Mohr chuẩn độ được của mẫu ít hơn 40% so với mẫu blank thì phải tiến hành làm lại với khối lượng mẫu nhỏ hơn.

C. TÍNH KẾT QUẢ

$$\% \text{Tổng(humic\&Fulvic)(quivềC)} = \frac{(V_{\text{blank}} - V_{\text{mau}}) * N_{\text{Morh}} * V_{\text{dm}} * 3 * 100 * 100}{m * 1000 * 75 * V_{\text{pu}}}$$

$$\% \text{Humic(qui về C)} = \frac{(V_{\text{blank}} - V_{\text{mau}}) * N_{\text{Morh}} * V_{\text{dm}} * 3 * 100 * f * 100}{m * 75 * 1000 * V_{\text{pu}}}$$

$$\% \text{Fulvic} = \% \text{tổng} - \% \text{humic}$$

Trong đó:

- o V_{blank} và V_{mau} lần lượt là thể tích dung dịch muối morh đã dùng cho mẫu trắng và mẫu, mL
- o N_{Morh} : Nồng độ muối Morh, N
- o V_{dm} và V_{pu} lần lượt là thể tích định mức và thể tích mẫu dung cho phản ứng, mL
- o 3: 1 mili đương lượng tương ứng với 3 mg C
- o f: hệ số pha loãng (nếu có)
- o m: khối lượng cân, mg

D. BẢO ĐẢM CHẤT LƯỢNG KẾT QUẢ PHÂN TÍCH

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC	Mã số: HD.TN.121 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 15/10/2017 Trang: 5/6
--	----------------------------	--

- Kết quả mẫu thử là giá trị trung bình các kết quả của ít nhất hai lần thử được tiến hành song song.
- Sai lệch giữa các lần thử không được lớn hơn 5% so với giá trị trung bình của phép thử.

E. BÁO CÁO KẾT QUẢ

Kết quả báo cáo phân tích được ghi nhận lại trong BM.15.04b và BM.15.06

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC	Mã số: HD.TN.121 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 15/10/2017 Trang: 6/6
--	----------------------------	--

PHỤ LỤC
RỬA URE TRONG MẪU

- Vì ure ảnh hưởng đến kết quả phân tích nên ta phải rửa hết trước khi xác định, tiến hành rửa như sau:
 - o Cân 20g mẫu vào cốc 250ml
 - o Thêm 100ml HCl 0.01N, khuấy nhẹ, rửa gạn nhiều lần qua phễu lọc đã biết trước khối lượng giấy lọc, rồi dồn tất cả cặn trong cốc sang giấy lọc, gom lấy cặn, loại bỏ nước lọc.
 - o Sấy khô cặn và giấy lọc ở 70°C trong 4h
 - o Cân khối lượng cặn và giấy lọc khô, tính ra khối lượng cặn khô, tính ra hệ số chuyển đổi từ khối lượng mẫu khô sang khối lượng thực tế ban đầu.