

| | | |
|--|----------------------------|--|
| CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ | HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC | Mã số: HD.TN.072 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 26/12/2017 Trang: 1/5 |
|--|----------------------------|--|

**ĐỊNH LƯỢNG NITƠ TỔNG TRONG PHÂN BÓN BẰNG
PHƯƠNG PHÁP KJELDAHL
(DETERMINATION OF TOTAL NITROGEN IN
FERTILIZERS BY KJELDAHL 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 | 26/12/2017 |
| | | Hoàn thiện SOP theo TCVN 5815: 2001 | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |

| | | |
|---|-----------------------------------|---|
| <p>CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ</p> | <p>HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC</p> | <p>Mã số: HD.TN.072 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 26/12/2017 Trang: 2/5</p> |
|---|-----------------------------------|---|

A. GIỚI THIỆU

I. Phạm vi áp dụng

- Phương pháp này được áp dụng để xác định hàm lượng N tổng trong phân bón ở dạng khoáng và dạng hữu cơ.

II. Tài liệu tham khảo

- Tiêu chuẩn này được xây dựng dựa theo: TCVN 5815:2001

III. Nguyên tắc

- Khử nito dạng nitrat trong phân bón thành amoni bằng hỗn hợp khử Devarda hay bột kim loại crom trong môi trường acid. Chuyển hóa nito dạng hữu cơ và ure thành amoni sulfat bằng acid sulfuric và chất xúc tác. Cất amoni từ dung dịch kiềm và hấp thụ vào một lượng dư dung dịch tiêu chuẩn acid sulfuric. Chuẩn độ lượng acid dư bằng dung dịch tiêu chuẩn NaOH với sự có mặt của chỉ thị màu.

IV. 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.
- Các hoá chất thải phải được thu gom vào các bình chứa riêng biệt, cụ thể và có dán nhãn nhận biết.

B. PHÂN TÍCH

I. Dụng cụ và thiết bị

- Dụng cụ:
 - Buret 25mL
 - Erlen 250mL
 - Pipet vạch, bầu và micropipet
 - Dụng cụ thủy tinh các loại
- Thiết bị
 - Hệ thống phá mẫu Kjeldahl (ống Kjeldahl 250ml và bếp gia nhiệt tới 420°C).
 - Máy chưng cất Kjeldahl.

II. Hóa chất và dung dịch hóa chất

- Hóa chất
 - H₂SO₄ đđ: tinh khiết phân tích.
 - Hỗn hợp xúc tác: CuSO₄ và K₂SO₄ với tỉ lệ 1:9.
 - Hỗn hợp khử devarda hoặc bột kim loại crom.
 - HCl đđ: tinh khiết phân tích
 - NaOH: tinh khiết phân tích
 - Methyl đỏ và methyl xanh: tinh khiết phân tích
 - Nước cất dùng cho phân tích.

| | | |
|--|----------------------------|--|
| CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ | HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC | Mã số: HD.TN.072 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 26/12/2017 Trang: 3/5 |
|--|----------------------------|--|

- Acetanilide: tinh khiết phân tích.
2. Dung dịch hóa chất
- a. NaOH 0.1N:
- Cân 4g NaOH hòa tan trong nước cất, chuyển vào bình định mức 1L và định mức tới vạch.
 - Xác định lại nồng độ NaOH 0.1N: Hút 10mL dung dịch $H_2C_2O_4$ 0.1N, thêm vài giọt phenolphthalein và chuẩn độ bằng NaOH, ghi nhận thể tích chuẩn độ

$$C_{NaOH} = \frac{V_{H_2C_2O_4} \cdot N_{H_2C_2O_4}}{V_{NaOH}}$$

- b. H_2SO_4 0.1N: Hút 2.7ml H_2SO_4 đậm đặc vào bình định mức 1L chứa sẵn 500ml nước cất và định mức tới vạch.
- c. Hỗn hợp devarda: trộn đều các bột kim loại Zn, Cu, Al theo tỉ lệ 5:50:45
- d. Hỗn hợp chỉ thị: hoà tan 0.1g methyl đỏ và 0.05g methyl xanh trong 100ml cồn

III. Thực hiện QA/QC

- Trong quá trình phân tích, nhân viên phân tích phải thực hiện các mẫu sau để kiểm soát quá trình phân tích:
 - o Mẫu blank
 - o Mẫu lặp
 - o Mẫu QC.

IV. Thực hiện phân tích

1. Chuẩn bị mẫu
 - Mẫu được nghiền mịn và bảo quản nơi khô ráo.
2. Xử lý mẫu
 - a. Phân hủy mẫu
 - Cân 0.2-2g mẫu cho vào ống kjeldahl
 - Thêm 35ml nước, thỉnh thoảng lắc đều trong vòng 10 phút cho tan hết các muối nitrat
 - Thêm 1.2g hỗn hợp khử, 7ml HCl đậm đặc, để yên 5-10 phút ở nhiệt độ phòng. Sau đó đun bình 4-5 phút trên bếp, lấy bình ra để nguội.
 - Đặt ống kjeldahl vào tủ hút, cho vào khoảng 20g hỗn hợp xác tác, thêm 30ml H_2SO_4 đậm đặc. Tăng nhiệt độ từ từ lên tới $420^{\circ}C$ và để ở nhiệt độ cho đến khi dung dịch trắng. Để nguội, thêm vào khoảng 40ml nước, lắc đều.

| | | |
|--|----------------------------|--|
| CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ | HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC | Mã số: HD.TN.072 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 26/12/2017 Trang: 4/5 |
|--|----------------------------|--|

b. Chưng cất amoniac

- Cho cẩn thận từ từ 30ml nước cất. Lắp ống kjeldahl vào hệ thống chưng cất. Dùng pipet lấy 25ml acid H_2SO_4 0.1N hoặc acid có nồng độ sao cho thích hợp (như trong bảng 1) cho vào bình hứng của thiết bị chưng cất, thêm từ từ khoảng 25ml nước và vài giọt của chỉ thị hỗn hợp. Nhúng đầu ra của ống sinh hàn trong bình hứng đã chứa dung dịch acid sâu ít nhất là 1cm. Sau đó cho từ từ 50-100ml dung dịch NaOH 40% vào ống Kjeldahl. Bắt đầu quá trình cất amoniac, kiểm tra độ pH của dịch cất ở đầu ống ngưng, nếu phản ứng trung tính thì kết thúc quá trình cất, thường là lấy khoảng 200ml dịch cất là được.
- Lưu ý: Lấy bình hứng ra trước khi tắt hệ thống cất để tránh hiện tượng sục ngược trở lại của dịch cất.

Bảng 1:

| Lượng N dự kiến có trong mẫu thử, mg | Nồng độ H_2SO_4 , N | Thể tích H_2SO_4 , ml | K |
|--------------------------------------|-----------------------|-------------------------|---|
| Nhỏ hơn 30 | 0.1 | 25 | 1 |
| Từ 30 đến nhỏ hơn 50 | 0.1 | 40 | 1 |
| Từ 50 đến nhỏ hơn 65 | 0.1 | 50 | 1 |
| Từ 65 đến nhỏ hơn 80 | 0.2 | 35 | 2 |
| Từ 80 đến nhỏ hơn 100 | 0.2 | 40 | 2 |
| Từ 100 đến nhỏ hơn 125 | 0.2 | 50 | 2 |
| Từ 125 đến nhỏ hơn 170 | 0.5 | 25 | 5 |
| Từ 170 đến nhỏ hơn 200 | 0.5 | 30 | 5 |
| Từ 200 đến 235 | 0.5 | 35 | 5 |

c. Chuẩn độ

- Chuẩn độ lại lượng acid H_2SO_4 dư bằng dung dịch NaOH 0.1N hoặc một nồng độ khác sao cho phù hợp, tại điểm tương đương có sự thay đổi màu từ tím sang xanh lá cây.
- Làm song song một mẫu trắng.

3. Mẫu thêm chuẩn.

- Cân khoảng 0.1g acetanilide vào ống kjeldahl và tiến hành phân tích như trên.

| | | |
|--|----------------------------|--|
| CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ | HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC | Mã số: HD.TN.072 Lần ban hành: 02 Ngày ban hành: 26/12/2017 Trang: 5/5 |
|--|----------------------------|--|

C. TÍNH KẾT QUẢ

- Hàm lượng nitơ tổng:

$$N (\%) = \frac{(A - B) * M * C * 100}{m * 1000}$$

Trong đó:

- o A: mL NaOH chuẩn độ mẫu trắng.
- o B: mL NaOH chuẩn độ mẫu.
- o m: khối lượng mẫu
- o C: nồng độ chính xác của dung dịch NaOH dùng để chuẩn độ.
- o M; Khối lượng phân tử gam của nitơ.

D. BẢO ĐẢM CHẤT LƯỢNG KẾT QUẢ PHÂN TÍCH

- Mẫu thêm chuẩn được thực hiện ít nhất 1 lần cho một lô mẫu (≤ 5 mẫu). Hiệu suất thu hồi của mẫu thêm chuẩn phải $\geq 98\%$
- Mẫu lặp lại được thực hiện ít nhất 1 lần cho một lô mẫu (≤ 5 mẫu). Sai lệch cho phép giữa chúng không được vượt quá 0.30% giá trị tuyệt đối.

E. BÁO CÁO KẾT QUẢ

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