

# TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 9292 : 2012

## PHÂN BÓN - PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH AXIT TỰ DO

*Fertilizers - Method for determination for free acid*

### Lời nói đầu

TCVN 9292 : 2012 được chuyển đổi từ 10 TCN 303-2005 theo quy định tại khoản 1 Điều 69 của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật và điểm b khoản 2 Điều 7 Nghị định số 127/2007/NĐ-CP ngày 1/8/2007 của Chính phủ quy định chi tiết thi hành một số điều của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật.

TCVN 9292 : 2012 do Viện Thổ nhưỡng Nông hóa biên soạn, Bộ Nông nghiệp và Phát triển Nông thôn đề nghị, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

## PHÂN BÓN - PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH AXIT TỰ DO

*Fertilizers - Method for determination for free acid*

### 1. Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng axit tự do có trong các loại phân có dư axit.

### 2. Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau đây là rất cần thiết để áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố, thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi, bổ sung (nếu có).

TCVN 4440 - 2004, Supe phốt phát đơn.

TCVN 4851 - 89 (ISO 3696 - 1987), Nước dùng cho phân tích trong phòng thí nghiệm - Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử.

TCVN 9297 : 2012, Phân bón - Phương pháp xác định độ ẩm.

### 3. Thuật ngữ và định nghĩa

Tiêu chuẩn này sử dụng các thuật ngữ và định nghĩa sau:

#### 3.1. Axit tự do (free acid)

Axit còn dư (quy về  $H_2SO_4$ ) trong phân bón.

### 4. Nguyên tắc

Chuẩn độ lượng axit tự do có trong phân bón bằng dung dịch natri hydroxit, sử dụng chỉ thị màu hỗn hợp metyl đỏ, metyl xanh.

### 5. Hóa chất và thuốc thử

Hóa chất sử dụng để pha các chất chuẩn đạt loại tinh khiết hóa học, hóa chất sử dụng để phân tích đạt loại tinh khiết phân tích.

**5.1. Nước cất**, TCVN 4851-89 (ISO 3696-1987).

**5.2. Natri hydroxyt (NaOH).**

**5.3. Chỉ thị màu metyl đỏ, metyl xanh.**

**5.4. Dung dịch tiêu chuẩn NaOH 1 M và NaOH 0,5 M:**

Cân 40 g NaOH chính xác đến  $\pm 0,0002$  g hòa tan bằng 600 ml nước cất, chuyển vào bình định mức dung tích 1000 ml, thêm nước cất đến vạch định mức. Pha loãng dung dịch NaOH 1 M 20 lần thu được dung dịch NaOH 0,05 M. Dung dịch NaOH được bảo quản kín trong bình nhựa PE kiểm tra lại nồng độ dung dịch trước khi sử dụng bằng dung dịch HCl có nồng độ tương đương.

**5.5. Hỗn hợp chỉ thị màu metyl đỏ, metyl xanh:**

Hòa tan 0,200 g metyl đỏ trong 100 ml etanol (dung dịch 1). Hòa tan 0,100 g metyl xanh trong 100 ml etanol (dung dịch 2). Trộn dung dịch 1 và dung dịch 2 với tỷ lệ 1 : 1 theo thể tích (V/V).

## **6. Thiết bị, dụng cụ**

Sử dụng các thiết bị, dụng cụ thông thường trong phòng thí nghiệm và các thiết bị, dụng cụ như sau:

**6.1. Bình định mức**, dung tích 50, 100, 1000 ml.

**6.2. Bình tam giác chịu nhiệt**, dung tích 250, 500 ml.

**6.3. Buret**, dung tích 50 ml, độ chính xác 0,1 ml.

**6.4. Cân phân tích**, độ chính xác 0,0002 g.

**6.5. Cốc chịu nhiệt**, dung tích 250, 1000 ml.

**6.6. Pipet**, dung tích 2 ml.

**6.7. Phễu lọc**, đường kính 8 cm.

## **7. Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu**

**7.1.** Mẫu đem đến phòng thí nghiệm được đảo trộn đều, trải phẳng trên khay nhựa hoặc tấm nilông, lấy mẫu trung bình theo phương pháp đường chéo góc, trộn đều, lấy hai phần đối diện và loại bỏ dần cho đến khi còn khoảng 500 g.

**7.2.** Chia mẫu trung bình thành hai phần bằng nhau, cho vào hai túi PE buộc kín, ghi mã số phân tích, ngày, tháng, tên mẫu (và các thông tin cần thiết), một túi làm mẫu lưu, một túi làm mẫu phân tích.

**7.3.** Nghiền mịn mẫu rồi qua rây 2 mm, trộn đều làm mẫu phân tích.

**7.4.** Các mẫu có độ ẩm cao có thể cân một lượng mẫu xác định, sấy khô ở nhiệt độ 70 °C, xác định độ ẩm nghiền mịn mẫu khô qua rây 2 mm làm mẫu phân tích. Lưu ý khi tính kết quả phải nhân với hệ số chuyển đổi từ khối lượng mẫu khô sang khối lượng mẫu thực tế ban đầu.

**7.5.** Các mẫu không thể xử lý theo 7.3, 7.4 có thể lấy một lượng mẫu khoảng 20 g, nghiền thật mịn làm mẫu phân tích.

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

## **8. Cách tiến hành**

**8.1.** Cân 5 g đến 10 g  $\pm 0,0001$  g mẫu đã được xử lý theo (7) cho vào bình tam giác dung tích 500 ml.

**8.2.** Thêm 250 ml nước cất, lắc đều trong 60 min.

**8.3.** Lọc qua giấy khô, thu được dung dịch lọc vào bình dung tích 250 ml.

**8.4.** Lấy 100 ml dung dịch lọc cho vào cốc dung tích 250 ml.

**8.5.** Thêm 3 giọt chỉ thị màu (mục 5.5).

**8.6.** Chuẩn độ bằng dung dịch tiêu chuẩn NaOH 0,05 M cho đến khi dung dịch từ màu tím đỏ chuyển sang màu xanh lục.

**8.7.** Ghi lại số ml dung dịch NaOH 0,05 M đã sử dụng.

## **9. Tính kết quả**

### **9.1. Công thức tính**

**9.1.1.** Hàm lượng axit tự do quy về  $H_2SO_4$ , tính theo phần trăm (%), khối lượng phân thương phẩm được tính theo công thức:

$$\% \text{ Axit tự do} = \frac{0,04904 \times a \times M \times 100}{P}$$

Trong đó:

a Thể tích dung dịch tiêu chuẩn NaOH đã sử dụng, tính bằng mililit (ml).

M Nồng độ dung dịch tiêu chuẩn NaOH sử dụng, tính bằng mol (M);

P Khối lượng mẫu tương ứng với lượng dung dịch mẫu lấy chuẩn độ, tính bằng gam (g);

0,04904 là hệ số biểu thị số gam  $H_2SO_4$  tương ứng với 1 ml dung dịch NaOH 1 M (g), hệ số này sử dụng với phân bón là supe photphat và amoni sunphat.

CHÚ THÍCH 1: Trong trường hợp phân bón là amoni nitrat thì hệ số là 0,06302 (tính theo  $HNO_3$ ). Nếu hàm lượng axit tự do quy về  $P_2O_5$  thì sử dụng hệ số 0,071.

**9.1.2.** Hàm lượng axit tự do quy về  $H_2SO_4$ , tính theo phần trăm (%) khối lượng phân khô kiệt được tính theo công thức:

$$\% \text{ Axit tự do} = \frac{0,04904 \times a \times M \times 100 \times K}{P}$$

Trong đó

K Hệ số khô kiệt (theo TCVN 9297 : 2012)

**9.2.** Kết quả phép thử là giá trị trung bình của ít nhất hai lần thử được tiến hành song song. Nếu sai lệch giữa các lần thử lớn hơn 5 % giá trị tương đối thì phải tiến hành thử nghiệm lại.

## **10. Báo cáo thử nghiệm**

Báo cáo thử nghiệm cần bao gồm những thông tin sau:

- a) Viện dẫn tiêu chuẩn này;
- b) Đặc điểm nhận dạng mẫu;
- c) Kết quả xác định axit tự do;
- d) Những chi tiết không quy định trong tiêu chuẩn này hoặc những điều được coi là tùy chọn và các yếu tố có thể ảnh hưởng đến kết quả thử nghiệm.