

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 9296 : 2012

PHÂN BÓN - XÁC ĐỊNH LƯU HUỖNH TỔNG SỐ PHƯƠNG PHÁP KHỐI LƯỢNG

Fertilizers – Method for determination of total sulfur – Gravimetric method

Lời nói đầu

TCVN 9296 : 2012 được chuyển đổi từ **10 TCN 363 - 2006** 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 9296 : 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 - XÁC ĐỊNH LƯU HUỖNH TỔNG SỐ PHƯƠNG PHÁP KHỐI LƯỢNG

Fertilizers – Method for determination of total sulfur – Gravimetric method

1. Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này áp dụng để xác định hàm lượng lưu huỳnh tổng số trong các loại phân bón.

2. Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau đây là rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng 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 sửa đổi, bổ sung (nếu có).

- TCVN 4851:1989 (ISO 3696:1987), *Nước dùng cho phòng thí nghiệm phân tích – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử*.

TCVN 5815:2001, *Phân hỗn hợp NPK – Phương pháp thử*.

3. Nguyên tắc

Chuyển hóa các hợp chất chứa lưu huỳnh trong các loại phân bón về dạng ion sulfat (SO_4^{2-}) hòa tan trong dung dịch. Xác định hàm lượng lưu huỳnh trong mẫu bằng phương pháp khối lượng.

4. Thuốc thử

Trong suốt quá trình phân tích, ngoại trừ trường hợp có những chỉ dẫn riêng, chỉ dùng các thuốc thử tinh khiết phân tích và tinh khiết hóa học. Sử dụng nước cất đạt theo TCVN 4851:1989 (ISO 3696:1987) hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

4.1. Axit nitric đặc (HNO_3), 65%; khối lượng riêng $d \sim 1,42$ g/ml.

4.2. Axit clohydric đặc (HCl), 37%; khối lượng riêng $d \sim 1,18$ g/ml.

4.3. Bari clorua ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$).

4.4. Dung dịch axit clohydric HCl 1/1 (theo thể tích)

Thêm 500 ml axit clohydric (4.2) vào bình định mức có dung tích 1 000 ml đã chứa sẵn 400 ml nước, lắc đều, làm nguội, sau đó thêm nước đến vạch mức, lắc đều.

4.5. Dung dịch axit clohydric HCl 10%

Thêm 236,4 ml axit clohydric (4.2) vào bình định mức có dung tích 1 000 ml đã chứa sẵn 400 ml nước, lắc đều, làm nguội, sau đó thêm nước đến vạch mức, lắc đều.

4.6. Dung dịch axit clohydric HCl 0,1%

Thêm 10 ml axit clohydric (4.5) cho vào bình định mức có dung tích 1 000 ml đã chứa sẵn 400 ml nước, làm nguội, sau đó thêm nước đến vạch mức, lắc đều.

4.7. Dung dịch bari clorua BaCl_2 10%

Cân 117 g bari clorua (4.3) cho vào cốc, thêm khoảng 700 ml nước, khuấy đều cho tan sau đó chuyển vào bình định mức có dung tích 1 000 ml, thêm nước đến vạch mức, lắc đều.

4.8. Dung dịch bari clorua BaCl_2 1%

Lấy 100 ml dung dịch (4.7) cho vào bình định mức có dung tích 1000 ml, thêm nước đến vạch mức, lắc đều.

CHÚ THÍCH – Tất cả các thuốc thử đã pha cần bảo quản trong các lọ có nắp kín.

5. 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:

5.1. Lò nung, có nhiệt độ $1000\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$.

5.2. Tủ sấy, có nhiệt độ từ 50°C đến $200\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$.

5.3. Cân phân tích, có độ chính xác $\pm 0,001\text{ g}$.

5.4. Bếp phân hủy, có điều khiển nhiệt độ.

5.5. Bình phân hủy, có dung tích 100; 250 ml.

5.6. Chén nung, có dung tích 30 ml.

5.7. Cốc chịu nhiệt, có dung tích 100; 250 ml.

5.8. Bình định mức các loại, có dung tích 25; 50; 100; 1000 ml.

5.9. Pipet, có dung tích 2; 5; 10 ml, có độ chính xác $\pm 0,1\text{ ml}$.

5.10. Phễu lọc, có đường kính 8 mm.

5.11. Bình hút ẩm.

5.12. Giấy lọc định lượng không tro.

6. Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu

6.1. Phân bón dạng rắn

Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu theo TCVN 5815:2001

6.2. Phân bón dạng lỏng

6.2.1. Dạng dung dịch: Mẫu lấy ban đầu ít nhất phải lớn hơn 50 ml, trước khi lấy mẫu để tiến hành phép thử, mẫu phải được lắc đều.

6.2.2. Dạng mẫu lỏng sền sệt : Mẫu lấy ban đầu ít nhất phải lớn hơn 200 g, trước khi lấy mẫu để tiến hành phép thử, mẫu phải được trộn đều, cân mẫu bằng dụng cụ cân mẫu ướt.

7. Cách tiến hành

7.1. Phân hủy mẫu

7.1.1. Phân bón dạng rắn

7.1.1.1. Cân khoảng 2,00 g mẫu (mẫu cân chứa tối thiểu 10 mg lưu huỳnh) bằng cân (5.3) cho vào bình phân hủy. Thêm 20 ml dung dịch axit clohydric (4.4) và 30 ml axit nitric (4.1), đậy bình bằng phễu nhỏ, ngâm 4 h (hoặc để qua đêm).

7.1.1.2. Đặt bình lên bếp phân hủy, tăng dần nhiệt độ đến 120 °C, đun sôi nhẹ khoảng 60 min, rồi thận trọng tăng nhiệt độ lên tới 200 °C trong 90 min, đến khi dung dịch trắng là được.

7.1.1.3. Để nguội, thêm 10 ml nước, đun nhẹ khoảng 5 min, sau đó lọc qua giấy lọc mịn, rửa cặn trên phễu 5 đến 6 lần bằng nước nóng cho đến khi dung dịch thu được ở bình hứng khoảng 180 ml.

7.1.1.4. Chuyển toàn bộ dung dịch thu được ở (7.1.1.3) vào bình định mức có dung tích 200 ml, thêm nước, lắc đều và định mức đến vạch (V_1). Dung dịch được dùng để xác định lưu huỳnh.

7.1.2. Phân bón dạng lỏng

7.1.2.1. Dùng pipet (5.9) lấy khoảng 2,00 ml mẫu, (mẫu chứa tối thiểu 10 ml lưu huỳnh), cho vào bình phân hủy. Thêm vào 20 ml dung dịch axit clohydric (4.4) và 30 ml axit nitric (4.1), đậy bình bằng phễu nhỏ, ngâm 4 h (hoặc để qua đêm).

7.1.2.2. Đặt bình lên bếp phân hủy, tăng dần nhiệt độ đến 120 °C, sôi nhẹ khoảng 60 min, đến khi dung dịch trong là được. Sau đó tiến hành các bước theo (7.1.1.3) và (7.1.1.4). Chuẩn bị một mẫu trắng tiến hành cùng điều kiện như mẫu thử phân bón.

CHÚ THÍCH:

- 1) Phải theo dõi thường xuyên quá trình phân hủy, tránh để trào bắn mẫu và khô mẫu.
- 2) Lưu huỳnh tổng số trong phân bón chủ yếu dưới dạng ion sunphat (SO_4^{2-}), có một lượng rất nhỏ (dưới 0,5%) ở dạng lưu huỳnh hữu cơ, quá trình phân hủy mẫu có thể làm mất đi một lượng nhỏ lưu huỳnh hữu cơ khi sử dụng hệ thống phân hủy lưu huỳnh không hồi lưu.
- 3) Với mẫu dạng lỏng phải lắc đều dung dịch trước khi lấy mẫu để phân hủy.
- 4) Với các mẫu dạng lỏng phải cân nhắc lại sau khi lấy khoảng 2,00 ml mẫu thử để đưa vào công thức tính kết quả.

7.2. Tạo kết tủa

7.2.1. Lấy chính xác một thể tích (V_2) dung dịch (7.1.1.4) vào cốc chịu nhiệt (có chứa tối thiểu 7 mg lưu huỳnh hay 50 mg bari sunphat (BaSO_4)). Thêm vào 1 ml dung dịch axit clohydric (4.5), đun đến sôi.

7.2.2. Thêm 10 ml dung dịch bari clorua (4.8) vào dung dịch đang sôi, tiếp tục đun, lắc nhẹ, xuất hiện kết tủa bari sunphat màu trắng (BaSO_4), giữ nhiệt độ gần sôi khoảng 30 min, tắt bếp để yên 4 h. Cho thêm 2 ml dung dịch bari clorua (4.7), tiếp tục đun sôi như trên cho kết tủa hoàn toàn, để nguội.

7.2.3. Đồn toàn bộ kết tủa thu được ở (7.2.2) qua giấy lọc mịn định lượng không tro (5.12), rửa kết tủa trong cốc ba lần bằng dung dịch axit clohydric (4.6) nóng, sau đó dồn toàn bộ kết tủa còn lại trong cốc lên giấy lọc. Để khô kết tủa và giấy lọc.

CHÚ THÍCH:

- 1) Chuẩn bị đồng thời một mẫu trắng chỉ có giấy lọc, tiến hành cùng điều kiện như mẫu thử phân bón.
- 2) Bari sunphat (BaSO_4) kết tủa chọn lọc tốt trong môi trường có nồng độ axit tối thiểu là HCl 0,05 N, kết tủa nóng làm tăng quá trình phản hấp thụ và tạo tinh thể lớn, có thể để yên kết tủa 4 h trong tủ ẩm ở nhiệt độ 80°C .

7.3. Nung và cân kết tủa

7.3.1. Cho kết tủa (7.2.3) vào chén nung (5.6) trước đó đã được nung đến khối lượng không đổi, cân chính xác khối lượng kết tủa và chén nung trước khi sấy (m_1). Nung kết tủa lần thứ nhất ở nhiệt độ $750^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ trong lò nung (5.1) khoảng 2 h.

7.3.2. Để nguội chén nung trong bình hút ẩm (5.10), cân lần thứ nhất khối lượng chén và kết tủa trên cân phân tích (5.3), ghi lại kết quả lần cân.

7.3.3. Tiếp tục đun kết tủa lần thứ hai ở nhiệt độ như (7.3.1) khoảng 1 h. Để nguội chén nung.

7.3.4. Cân lần thứ hai, khi khối lượng cân hai lần liên tiếp ở (7.3.2) và (7.3.4) không thay đổi. Ghi khối lượng cân của kết tủa và chén nung sau khi sấy (m_2)

8. Tính kết quả

8.1. Hàm lượng lưu huỳnh tổng số trong mẫu phân bón thương phẩm được tính theo công thức sau:

$$\%S = \frac{(m_1 - m_2) \times 0,1374 \times V_1 \times 100}{M \times V_2} \quad (1)$$

Trong đó:

M khối lượng mẫu cân để phân hủy (7.1.1.1) hoặc khối lượng tương ứng của thể tích theo (7.1.2.1), tính bằng (g);

V_1 thể tích dung dịch được định sau phân hủy (7.1.1.4), tính bằng (ml);

V_2 thể tích dung dịch lấy để kết tủa (7.2.1), tính bằng (ml);

m_1 khối lượng chén và kết tủa trước khi nung (7.3.1), tính bằng (g);

m_2 khối lượng chén và kết tủa sau khi nung (7.3.4), tính bằng (g);

0,1374 hệ số chuyển đổi từ BaSO₄ sang S;

100 hệ số chuyển đổi phần trăm.

8.2. Hàm lượng lưu huỳnh tổng số trong mẫu phân bón khô kiệt được tính theo công thức sau:

$$\% S = \frac{(m_1 - m_2) \times 0,1374 \times V_1 \times 100}{M \times V_2} \times k \quad (2)$$

Trong đó:

M khối lượng mẫu cân để phân hủy (7.1.1.1) hoặc khối lượng tương ứng của thể tích theo (7.1.2.1), tính bằng (g);

V_1 thể tích dung dịch được định sau phân hủy (7.1.1.4), tính bằng (ml);

V_2 thể tích dung dịch lấy để kết tủa (7.2.1), tính bằng (ml);

m_1 khối lượng chén và kết tủa trước khi nung (7.3.1), tính bằng (g);

m_2 khối lượng chén và kết tủa sau khi nung (7.3.4), tính bằng (g);

0,1374 hệ số chuyển đổi từ BaSO₄ sang S;

100 hệ số chuyển đổi phần trăm.

k Hệ số khô kiệt

8.3. Kết quả thử nghiệm là giá trị trung bình của hai phép xác định liên tiếp, chênh lệch so với giá trị tuyệt đối khoảng 0,3% là đạt.

9. Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải bao gồm ít nhất những thông tin sau:

a) Viện dẫn tiêu chuẩn này;

b) Đặc điểm nhận dạng mẫu;

c) Kết quả xác định lưu huỳnh;

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.