

<b>CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ</b>	<b>HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH</b>	Mã số: HD.TN.066 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 1/5
--	--	---

**ĐỊNH LƯỢNG SẮT TRONG PHÂN BÓN  
BẰNG PHƯƠNG PHÁP  
TRẮC QUANG PHÂN TỬ UV/VIS**

Nhân viên biên soạn	Nhân viên xem xét	Nhân viên phê duyệt
Trần Minh Thứ	Trần Thái Vũ	Trần Thái Vũ

**THEO DÕI SỬA ĐỔI TÀI LIỆU**

STT	Vị trí	Nội dung sửa đổi	Ngày sửa đổi
1		Thay đổi format SOP	29/12/2107

<b>CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ</b>	<b>HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH</b>	Mã số: HD.TN.066 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 2/5
--	--	---

## **A. TỔNG QUAN**

### **I. Phạm vi áp dụng.**

- Phương pháp này được áp dụng để định lượng sắt trong phân bón bằng cách đo quang phân tử UV/VIS.
- Giới hạn phát hiện và định lượng của phương pháp:

<b>STT</b>	<b>Kim loại</b>	<b>LOD, mg/kg</b>	<b>LOQ, mg/kg</b>
1	Fe	10	30

### **II. Tài liệu tham khảo.**

- Tiêu chuẩn này được xây dựng dựa theo: TCVN 9283 : 2012, SMEWW 3500Fe

### **III. Nguyên tắc.**

- Mẫu phân bón sau khi được đun với acid, được lên màu với thuốc thử 1,10 – phenantrolin ở pH từ 3,2 đến 3,3. Một ion Fe(II) sẽ kết hợp với 3 phân tử 1,10 – phenantrolin để hình thành phức có màu đỏ cam. Đo mật độ quang của dung dịch phức ở bước sóng 510nm cho phép xác định được nồng độ sắt có trong mẫu.

### **VI. 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.

## **B. PHÂN TÍCH**

### **I. Thiết bị và dụng cụ phân tích.**

1. Thiết bị cơ bản.
  - Erlen 100 mL, 250 mL
  - Beaker 100 mL, 500 mL
  - Bình định mức 50 mL
  - ống ly tâm 15 mL, 50 mL
  - Bếp điện, 200°C
  - Giấy lọc Whatman no.41
  - Cân phân tích chính xác đến 0.01 g.
  - Tủ hút hơi acid.
2. Thiết bị phân tích
  - Hệ thống quang phổ phân tử UV/VIS Shimadzu UV-2401PC, phần mềm UVProbe 2.34 điều khiển và ghi dữ liệu

### **II. Hoá chất và chất chuẩn.**

<b>CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ</b>	<b>HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH</b>	Mã số: HD.TN.066 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 3/5
--	--	---

1. Hoá chất.

- Nước cất 1 lần khử ion.
- Hydrochloric acid, HCl: Tinh khiết phân tích
- Hydroxylamine,  $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ : Tinh khiết phân tích
- Ammonium acetate,  $\text{NH}_4\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2$ : Tinh khiết phân tích
- Acetic acid,  $\text{CH}_3\text{COOH}$ : Tinh khiết phân tích
- 1,10 – Phenanthroline,  $\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2.\text{H}_2\text{O}$ : Tinh khiết phân tích
- Acid nitric,  $\text{HNO}_3$ : Tinh khiết phân tích.

2. dung dịch hóa chất

- Dung dịch hydroxylamine,  $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$  : hòa tan 10 g  $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$  trong 100 mL nước.
- Đệm Ammonium acetate: hòa tan 250 g  $\text{NH}_4\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2$  trong 150 mL nước, thêm 700 mL acid acetic.
- Dung dịch 1,10 – Phenanthroline: hòa tan 400 mg 1,10 – Phenanthroline monohydrate  $\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2.\text{H}_2\text{O}$  trong 100 mL nước, thêm 2 giọt HCl.

3. Chất chuẩn.

a. Chuẩn gốc và dung dịch chuẩn gốc

- Dung dịch chuẩn gốc Iron 1000 mg/L, AccuStandard.

b. Dung dịch chuẩn trung gian 10 mg/L

- Cân chính xác khoảng 0.5 g chất chuẩn Fe 1000 mg/L vào ống ly tâm 50 mL, định mức đến 50 g bằng dung dịch  $\text{HNO}_3$  2%.

c. Dung dịch chuẩn làm việc

- Tiến hành pha loãng trung gian để được các dung dịch chuẩn làm việc có nồng độ từ 0.1 đến 2 mg/L. Sau khi thêm hydroxylamine, đệm ammoni acetate, định mức lên 50 mL bằng nước cất ta thu được chuẩn làm việc có nồng độ như bảng sau:

STT	<b>m</b> Fe 10 mg/L (g)	<b>m</b> định mức (mL)	Nồng độ chuẩn làm việc (µg/L)
1	0.25	50	50
2	0.50		100
3	1.0		200
4	2.5		500
5	5.0		1000
6	10		2000

<b>CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ</b>	<b>HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH</b>	Mã số: HD.TN.066 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 4/5
--	--	---

### III. 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 song song với mẫu phân tích
- Mẫu Blank matrix: Mẫu blank phù hợp với nền mẫu phân tích.
- Mẫu QC phòng thí nghiệm: do trưởng nhóm quyết định

### VI. xử lý mẫu.

#### 1. Chuẩn bị mẫu.

Đồng nhất và bảo quản mẫu theo hướng dẫn thí nghiệm “HD.KT.022” mục 4.3

#### 2. Phương pháp tiến hành.

- Cân khoảng 0.5-2 g mẫu cho vào beaker 250 mL, thêm 15mL hỗn hợp  $\text{HCl}:\text{HNO}_3=3:1$  ngâm ít nhất 4 giờ. Sau đó, đun nhẹ ở  $120^\circ\text{C}$  trong 1 giờ, tiếp tục tăng nhẹ nhiệt độ đến  $<200^\circ\text{C}$ , duy trì trong 3 giờ, và tiếp tục cô cạn, để mẫu nguội, thêm vào 5 mL HCl 10%, đun sôi 5 phút. Để mẫu nguội, chuyển toàn bộ vào bình định mức 50 mL, tráng bình bằng nước cất và định mức đến vạch, lọc. Thực hiện mẫu trắng song song.
- Lấy khoảng 25 mL mẫu hoặc ít hơn tùy vào hàm lượng Fe có trong mẫu, chỉnh pH về trung tính bằng dung dịch NaOH, thêm 1 mL  $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$  (nếu xác định Fe tổng), 10mL dung dịch đệm ammoni acetat, định mức bằng nước cất và thêm 1ml dung dịch phenantrolin. Lắc đều và để yên ít nhất 5-10 phút. Đo mật độ quang ở bước sóng 510nm với dung dịch mẫu trắng làm dung dịch so sánh. Màu ổn định trong 6 tháng đối với mẫu chuẩn.
- Đối với chuẩn pha như ở mục B.II.3.c vào bình định mức 50mL, sau đó thêm 1mL dung dịch phenanthroline. Lắc đều và để yên ít nhất 5-10 phút. Đo mật độ quang ở bước sóng 510nm.

### V. Phân tích

#### 1. Thông số thiết bị:

- Bước sóng 510 nm
- Cuvette: 1 cm

#### 2. Trình tự của quá trình tiêm mẫu trên thiết bị phân tích.

- Sau khi hệ thống ổn định, các mẫu sẽ được đo theo trình tự sau:
  - o Các dung dịch chuẩn có nồng độ từ thấp đến cao;
  - o Mẫu trắng
  - o Mẫu cần kiểm nghiệm.
  - o Mẫu thêm chuẩn

<b>CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ</b>	<b>HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH</b>	Mã số: HD.TN.066 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 29/12/2017 Trang: 5/5
--	--	---

Chú ý: Khi phân tích mẫu hàng loạt, tiêm xen kẽ một điểm chuẩn sau khi phân tích chuỗi 5 mẫu và kết thúc là một điểm chuẩn.

### C. **TÍNH TOÁN KẾT QUẢ.**

- Xây dựng đường chuẩn biểu thị mối quan hệ giữa độ hấp thu với nồng độ tương ứng. Kết quả chất cần phân tích trong mẫu được tính toán thông qua độ hấp thu tương ứng so với đường chuẩn, theo công thức sau:

$$C_1 = \frac{C_2 * f * V_1}{m}$$

Trong đó:

- o  $C_1$ : nồng độ Fe trong mẫu,  $\mu\text{g/L}$
- o  $C_2$ : nồng độ Fe đo được,  $\mu\text{g/L}$
- o  $f$ : hệ số pha loãng (nếu có)
- o  $V_1$ : thể tích định mức
- o  $m$ : khối lượng mẫu thử

### D. **KIỂM SOÁT DỮ LIỆU QA/QC**

- Đường chuẩn phải có độ tuyến tính tốt (ít nhất là 05 điểm chuẩn), hệ số tương quan hồi qui tuyến tính ( $R^2$ ) phải lớn hơn hoặc bằng 0.998.
- Độ lệch của các dung dịch chuẩn tiêm xen kẽ giữa các mẫu phân tích không vượt quá  $\pm 10\%$  giá trị thật.
- Mẫu lặp lại được thực hiện ít nhất 1 lần cho một lô mẫu ( $\leq 20$  mẫu). Độ lệch tương đối giữa hai mẫu lặp lại không quá  $\pm 10\%$ .
- Mẫu QC phòng thí nghiệm: nồng độ nằm trong giới hạn biểu đồ kiểm soát (control chart)

### E. **BÁO CÁO KẾT QUẢ.**

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