

TIÊU CHUẨN NGÀNH

10TCN 363:2006

PHÂN BÓN - PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH LƯU HUỖNH TỔNG SỐ

1. Phạm vi áp dụng

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

2. Tiêu chuẩn trích dẫn

10TCN 301-2005 Phân tích phân bón - Phương pháp lấy mẫu, chuẩn bị mẫu

3. Quy định chung

Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu theo 10TCN 301- 2005

4. Phương pháp xác định

4.1. Nguyên tắc

Chuyển hoá các hợp chất chứa lưu huỳnh trong mẫu thành lưu huỳnh dạng sunphat (SO_4^{2-}) hoà tan trong dung dịch. Xác định hàm lượng sunphat hoà tan trong dung dịch bằng phương pháp khối lượng với kết tủa bari sunphat (BaSO_4), suy ra hàm lượng lưu huỳnh trong mẫu

4.2. Phương tiện thử

4.2.1. Hoá chất

Hoá chất sử dụng trong phép đo có độ tinh khiết phân tích (PA)

- Axit nitric đặc (HNO_3 d=1,4)
- Axit clohydric đặc (HCl d=1,19)
- Clorua bari ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)
- Nước cất phù hợp với TCVN 4851-89, pH 5,6 đến 6,8, độ dẫn điện nhỏ hơn $2 \mu\text{S/cm}$

4.2.2. Thuốc thử

4.2.2.1. Dung dịch HCl 1:1 (thể tích / thể tích)

Lấy 500ml axit clohydric đặc vào cốc đã có sẵn 400ml nước, hoà tan rồi chuyển sang bình định mức 1000ml, thêm nước đến vạch định mức, lắc trộn đều, được dung dịch HCl 1:1. Bảo quản kín trong lọ thủy tinh

4.2.2.2. Dung dịch 10% HCl, dung dịch 0,1% HCl

Lấy 236,4ml axit clohydric đặc vào cốc đã có sẵn 500ml nước, hoà tan rồi chuyển sang bình định mức 1000ml, thêm nước đến vạch định mức, lắc đều, được dung dịch 10% HCl. Pha loãng dung dịch 10% HCl một trăm lần được dung dịch 0,1% HCl. Bảo quản kín trong lọ thủy tinh

4.2.2.3. Dung dịch clorua bari 10% BaCl_2

Cân 100 gam clorua bari ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) vào cốc, thêm 900ml nước, khuấy tan rồi chuyển dung dịch sang bình định mức 1000ml, thêm nước đến vạch định mức, lắc trộn đều. Bảo quản trong lọ thủy tinh

4.2.3. Thiết bị dụng cụ

- Lò nung $1000^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$
- Tủ sấy 50°C đến $200^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$
- Cân phân tích độ chính xác $\pm 0,0002\text{gam}$

- Bếp phân huỷ có điều khiển nhiệt độ, bình phân huỷ dung tích 250 đến 500ml
- Chén nung 1000°C có khối lượng nhỏ hơn 20 gam
- Cốc chịu nhiệt dung tích 250ml
- Bình hút ẩm
- Bình định mức các loại dung tích 25; 50; 100; 1000ml
- Phễu lọc, giấy lọc không tro đường kính 8mm, các dụng cụ khác trong phòng thí nghiệm

4.3. Tiến hành thử

4.3.1. Phân huỷ mẫu

Sử dụng dung dịch HCl 1:1 và HNO₃ đặc phân huỷ mẫu (chuyển hoá các hợp chất chứa lưu huỳnh thành lưu huỳnh dạng sunphat hoà tan) *

- Cân 2 gam mẫu ($\pm 0,001$ gam) đã được chuẩn bị theo 10TCN 301-2005, cho vào bình phân huỷ (lượng mẫu cân có chứa tối thiểu 10mg S)
- Thêm 20ml dung dịch HCl 1:1 và 30ml HNO₃ đặc, đậy bình bằng phễu nhỏ, ngâm 4 giờ (hoặc để qua đêm)
- Đặt bình lên bếp phân huỷ, tăng dần nhiệt độ đến 120°C, sôi nhẹ khoảng 60 phút, rồi thận trọng tăng nhiệt độ lên 200°C, trong bình xuất hiện khói đỏ, duy trì khoảng 90 phút, đến khi dung dịch "trong" là được (còn 2ml)
- Để nguội, thêm 10ml nước, đun sôi nhẹ khoảng 5 phút
- Lọc qua giấy lọc mịn, rửa cặn trên phễu 5 đến 6 lần bằng nước nóng cho đến khi dung dịch thu được trong cốc hứng đến khoảng 180ml
- Chuyển toàn bộ dung dịch trong cốc hứng sang bình định mức 200ml, thêm nước đến vạch định mức, lắc đều được dung dịch xác định lưu huỳnh
- Chuẩn bị đồng thời hai mẫu trắng không có mẫu phân bón, tiến hành cùng điều kiện như mẫu thử phân bón

* Ghi chú:

Phải theo dõi thường xuyên quá trình phân huỷ, tránh nhiệt độ cao, (nhiệt độ cao dễ mất lưu huỳnh), không để trào bắn mẫu ra ngoài và không để khô mẫu (còn 2ml)

Lưu huỳnh tổng số trong phân bón chủ yếu dưới dạng sunphat (SO_4^{2-}), có một lượng rất nhỏ (dưới 0,5%) ở dạng lưu huỳnh hữu cơ, quá trình phân huỷ mẫu có thể làm mất đi một lượng nhỏ lưu huỳnh hữu cơ khi sử dụng hệ thống phân huỷ lưu huỳnh không có hồi lưu

4.3.2. Kết tủa BaSO₄ *

- Lấy vào cốc chịu nhiệt chính xác một thể tích dung dịch để xác định lưu huỳnh (có chứa tối thiểu 7mg S hay 50mg BaSO₄)
- Đun nóng đến sôi, thêm 1ml 10%HCl, đun nóng đến sôi
- Thêm 10ml clorua bari BaCl₂ vào dung dịch đang sôi, tiếp tục đun sôi, lắc nhẹ, xuất hiện kết tủa sunphat bari (BaSO₄) màu trắng, giữ nhiệt độ gần sôi khoảng 30 phút, tắt bếp để yên bốn giờ
- Thử kết tủa SO_4^{2-} bằng dung dịch BaCl₂, nếu còn kết tủa cho thêm 2ml 10% BaCl₂, tiếp tục đun sôi như trên cho kết tủa hoàn toàn
- Lọc gạn kết tủa qua giấy lọc mịn không tro (hoặc đã biết trước khối lượng tro), rửa kết tủa trong cốc ba lần bằng dung dịch 0,1% HCl nóng
- Đồn toàn bộ kết tủa lên giấy lọc, rửa sạch kết tủa trong cốc ba lần bằng dung dịch 0,1% HCl nóng, để ráo giấy lọc

- Chuẩn bị đồng thời một mẫu trắng không có mẫu phân bón chỉ có giấy lọc, tiến hành cùng điều kiện như mẫu thử phân bón

** Ghi chú: BaSO₄ kết tủa chọn lọc tốt trong môi trường axit clohydric tối thiểu HCl 0,05N, kết tủa nóng làm tăng quá trình phân hấp thụ và tạo tinh thể lớn, có thể để yên kết tủa bốn giờ trong tủ ấm 80°C*

4.3.3. Nung kết tủa BaSO₄ *

- Gói kết tủa cho vào chén nung đã biết trước chính xác khối lượng

- Nung kết tủa lần thứ nhất ở nhiệt độ 750°C khoảng hai giờ, để nguội chén nung trong bình hút ẩm, cân lần thứ nhất khối lượng chén và kết tủa

- Tiếp tục nung kết tủa lần thứ hai ở nhiệt độ 750°C khoảng một giờ, để nguội chén nung trong bình hút ẩm, cân lần thứ hai. Lặp lại như vậy cho đến khi khối lượng cân hai lần liên tiếp không thay đổi (kết tủa trắng hoàn toàn)

** Ghi chú: Nếu sử dụng chén nung bằng sứ, phải nung chén ở nhiệt độ 750°C khoảng một giờ, để nguội chén nung trong bình hút ẩm, cân chính xác khối lượng chén trước khi sử dụng. Nung kết tủa BaSO₄ ở nhiệt độ không quá 750°C, vì ở nhiệt độ 800°C, BaSO₄ bị phân huỷ sẽ mất lưu huỳnh*

4.4. Tính toán kết quả

4.4.1. Công thức tính

Phần trăm khối lượng lưu huỳnh trong mẫu (ký hiệu %S)

$$\% S = \frac{(a - b - c) \times 0,1374 \times V_A \times 100}{M \times V_B}$$

Trong đó:

M Khối lượng mẫu cân để phân huỷ (gam)

V_A Thể tích dung dịch A sau phân huỷ (ml)

V_B Thể tích dung dịch lấy để kết tủa (ml)

a Khối lượng chén và kết tủa sau khi nung (gam)

(chén nung + kết tủa + tro giấy lọc)

b Khối lượng chén nung (gam)

c Khối lượng tro giấy lọc (gam)

0,1374 Hệ số chuyển đổi từ BaSO₄ sang S

100 Hệ số chuyển đổi phần trăm

4.4.2. Sai số phép đo

Kết quả phép thử kiểm nghiệm chất lượng phân bón là giá trị trung bình của ít nhất hai lần thử lặp lại tiến hành song song, sai lệch kết quả giữa các lần lặp lại so với giá trị trung bình của phép thử không lớn hơn 0,5% giá trị tuyệt đối được chấp nhận.