

TIÊU CHUẨN NGÀNH

10 TCN 360:2004

PHÂN BÓN

PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH KALI HỮU HIỆU

Fertilizers -Method for determination of soluble potassium

1. Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này áp dụng cho các loại phân bón có chứa kali, bao gồm phân kali khoáng (khoáng đơn, khoáng phức hợp, khoáng hỗn hợp) và phân có chứa chất hữu cơ (phân hữu cơ vi sinh, hữu cơ sinh học, hữu cơ khoáng, than bùn).

2. Tiêu chuẩn trích dẫn, định nghĩa

2.1. "TCVN 5815-2001 Phương pháp xác định kali trong phân NPK"

2.2. "TCN 301-97 Phương pháp lấy mẫu và chuẩn bị mẫu"

2.3. "TCN 308-97 Phương pháp xác định kali hoà tan"

2.4. "Kali hữu hiệu" trong phân bón là phần kali dễ hoà tan trong môi trường axit HCl 0,05N, có khả năng cung cấp ngay cho cây trồng (Immediately available). Với phân kali khoáng (kali clorua, kali sunphat, MOP, phân hỗn hợp NPK, NK) kali hữu hiệu là kali tổng số.

3. Quy định chung

3.1. Hoá chất: Hoá chất sử dụng để pha các chất chuẩn đạt loại tinh khiết hoá học (TKHH), hoá chất sử dụng để phân tích đạt loại tinh khiết phân tích (TKPT).

3.2. Nước: Nước dùng để phân tích phải phù hợp với TCVN 4852-98 (có độ dẫn điện nhỏ hơn 2 $\mu\text{S}/\text{cm}$, pH 5,6 đến 6,8).

3.3. Lấy mẫu trung bình, xử lý mẫu phân tích

3.3.1. Lấy mẫu trung bình (theo 10 TCN 301-97).

- Lấy mẫu trung bình theo phương pháp đường chéo góc, trộn đều và loại bỏ dần cho đến khi còn khoảng 500g.

- 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 phần làm mẫu lưu, một phần làm mẫu phân tích.

3.3.2. Xử lý mẫu phân tích

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

3.3.2.2. Các mẫu có ẩm độ cao có thể cân một lượng mẫu xác định, sấy khô ở nhiệt độ 70°C, xác định độ ẩm (theo 10 TCN 302-97), nghiền mịn mẫu khô qua rây 2mm 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.

3.3.2.3. Các mẫu không thể xử lý theo mục 3.3.2.1, 3.3.2.2 có thể lấy một lượng mẫu khoảng 20gam, nghiền thật mịn làm mẫu phân tích.

4. Phương pháp xác định

4.1. Nguyên tắc

Hoà tan (chiết) kali hữu hiệu trong mẫu bằng dung dịch HCl 0,05N, rồi xác định kali trong dung dịch mẫu bằng quang kế ngọn lửa (Flamphotometer).

4.2. Phương tiện thử

4.2.1. Máy móc thiết bị

- Máy quang kế ngọn lửa đo kali (Flamphotometer)
- Tủ sấy $200^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$
- Cân phân tích độ chính xác 0,0002g
- Rây 2mm
- Bình định mức dung tích 50ml, 100ml, 1000ml
- Phễu lọc ϕ 8mm, giấy lọc
- Các dụng cụ khác trong phòng thí nghiệm

4.2.2. Thuốc thử

- Dung dịch axit HCl 0,05N (Pha từ dung dịch tiêu chuẩn HCl 1N)
- Dung dịch tiêu chuẩn kali 1000mgK/lít (1000ppmK)

Cân 1,9067g kaliclorua TKHH (KCl) đã sấy khô ở 105°C để nguội trong bình hút ẩm vào cốc, thêm 100ml dung dịch axit HCl 0,1N, khuấy tan, chuyển vào bình định mức 1 lít, thêm nước đến vạch định mức, lắc đều, dung dịch này có nồng độ 1000mgK/lít (1000ppm K). Bảo quản kín ở 20°C .

- Nước cất, độ dẫn điện nhỏ hơn $2\mu\text{S}/\text{cm}$, pH 5,6 -6,8

4.3. Chuẩn bị thử

Kiểm tra máy quang kế ngọn lửa theo hướng dẫn của nhà sản xuất thiết bị, khởi động máy trước khi đo 15 phút cho máy ổn định.

4.4. Tiến hành thử

4.4.1. Chiết rút mẫu bằng dung dịch HCl 0,05N

- Cân $2\text{g} \pm 0,001\text{g}$ mẫu đã được chuẩn bị theo điều 3.3 cho vào bình tam giác 250ml
- Thêm 100ml dung dịch HCl 0,05N lắc 30 phút
- Chuyển vào bình định mức 200ml, thêm dung dịch HCl 0,05N đến vạch định mức, lắc đều, để lắng trong hoặc lọc qua phễu lọc khô, được dung dịch A để xác định kali.

4.4.2. Phương pháp đo kali

4.4.2.1. Lập thang chuẩn và đồ thị đường chuẩn kali

- Pha loãng dung dịch tiêu chuẩn kali 1000ppmK thành dung dịch kali 100ppmK
- Sử dụng 7 bình định mức dung tích 100ml
- Cho vào mỗi bình thứ tự số ml dung dịch kali 100ppmK theo bảng 1

Bảng 1

Dãy tiêu chuẩn kali (Từ 0ppmK đến 80ppmK)	Số ml dung dịch tiêu chuẩn 100ppm K Cho vào mỗi bình định mức 100ml
0,0	0,0
5,0	5,0
10,0	10,0
20,0	20,0
40,0	40,0

60,0	60,0
80,0	80,0

- Thêm dung dịch HCl 1% đến vạch định mức 100ml

- Đo thang chuẩn trên máy quang kế ngọn lửa với kính lọc kali, hiệu chỉnh máy sao cho đường chuẩn có dạng hàm bậc một ($y=ax$), hoặc hàm bậc hai ($Y=aX^2+bX$ với X^2 lớn hơn 0,95), lập đồ thị đường chuẩn (hoặc phương trình tương đương) biểu diễn tương quan giữa số đo trên máy và nồng độ dung dịch tiêu chuẩn kali.

4.4.2.2. Đo dung dịch mẫu

- Tiến hành đo dung dịch mẫu đồng nhất với điều kiện đo dung dịch tiêu chuẩn. Đo khoảng 10 mẫu phải kiểm tra lại thang chuẩn, nếu sai lệch phải hiệu chỉnh máy, lập lại đường chuẩn và đo lại mẫu.

- Các mẫu có nồng độ kali trong dung dịch A lớn hơn 80ppmK phải pha loãng thành dung dịch B có nồng độ trong khoảng từ 40 ppm đến 60ppmK. Cách pha loãng theo bảng 2.

Bảng 2

Hệ số pha loãng	Lượng hút dung dịch cần pha loãng	Lên định mức	Ghi chú
10 lần	10 ml	100 ml	Lượng hút dung dịch cần pha loãng không nên nhỏ hơn 5ml
5 lần	10 ml	50 ml	
2 lần	10 ml	20 ml	
100 lần	Pha loãng 10 lần, tiếp theo pha loãng 10 lần nữa		

* Để khắc phục ảnh hưởng của nồng độ canxi, cần cho thêm dung dịch 0,2% Cs vào dung dịch mẫu đo theo tỷ lệ thể tích 1:1

- Căn cứ vào số đo trên máy, hệ số pha loãng và đồ thị đường chuẩn (hoặc phương trình tương đương) tính ra nồng độ kali trong dung dịch A, suy ra hàm lượng kali trong mẫu.

Chú ý

* Nồng độ H_2SO_4 trong dung dịch mẫu đo quá cao có ảnh hưởng đến độ chính xác của phép đo.

4.5. Tính toán kết quả

4.5.1. Công thức tính % khối lượng các bon hữu cơ (ký hiệu %OC)

$$\%OC = \frac{V \times (a - b) \times 3 \times 100 \times 100}{a \times 75 \times 1000 \times m}$$

Trong đó:

V- Thể tích dung dịch $K_2Cr_2O_7$ sử dụng (ml)

a- Thể tích dung dịch muối Mhor chuẩn độ mẫu trắng (ml)

b- Thể tích dung dịch muối Mhor chuẩn độ mẫu thử (ml)

m- Khối lượng mẫu cân để xác định (g)

3- Đường lượng gam của Các bon (g)

Các hệ số chuyển đổi

Công thức tính % khối lượng chất hữu cơ (ký hiệu %OM) cho thử tực sử dụng 20ml $K_2Cr_2O_7$ 1N.

$$\%OM = \frac{8 \times (a - b) \times 1,724}{a \times m}$$

Trong đó:

a- Nồng độ kali trong dung dịch A (mg/lít)

V- Toàn bộ thể tích dung dịch A (ml)

m- Khối lượng mẫu phân huỷ gam (gam)

1,205- Hệ số quy đổi từ K sang K_2O

4.5.2. Phân tích kiểm định chất lượng phân bón phải tiến hành lặp lại ít nhất hai mẫu song song, nếu kết quả sai lệch lớn hơn 5% so với trị số trung bình của phép đo thì phải kiểm tra lại.