

TIÊU CHUẨN NGÀNH

10 TCN 366:2004

PHÂN BÓN

PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH CÁC BON HỮU CƠ TỔNG SỐ

Fertilizers - Method for determination of total organic carbon

1. Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này áp dụng cho các loại phân bón có chứa chất hữu cơ như phân hữu cơ, phân hữu cơ vi sinh, phân hữu cơ sinh học, phân hỗn hợp hữu cơ khoáng, than bùn.

Các loại phân hỗn hợp hữu cơ khoáng có trộn phân urê phải rửa hết urê trước khi xác định các bon hữu cơ tổng số.

2. Tiêu chuẩn trích dẫn, định nghĩa

2.1. "TCN 301-97 Phân tích phân bón-phương pháp lấy mẫu chuẩn bị mẫu"

2.2. "10 TCN 302-97 Phân tích phân bón - phương pháp xác định độ ẩm"

2.3. Hàm lượng các bon hữu cơ tổng số trong phân bón được biểu thị bằng % các bon hữu cơ tổng số (%OC)

Có thể quy đổi các bon hữu cơ tổng số (%OC) thành chất hữu cơ tổng số (%OM) với hệ số chuyển đổi quy định là 1,724. ($\%OC \times 1,724 = \%OM$)

Chất hữu cơ tổng số bao gồm mùn và các chất hữu cơ khác, thành phần chủ yếu của mùn là axit humic và axit fulvic.

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 $\mu S/cm$, 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 0,2mm, 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 0,2 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.

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.

3.3.2.4. Các mẫu phân hỗn hợp hữu cơ khoáng có trộn phân urê phải rửa hết urê trước khi xác định các bon hữu cơ tổng số (xem phụ lục).

4. Phương pháp xác định

4.1. Nguyên tắc

Tiêu chuẩn này dựa theo phương pháp Walkley-Black - Oxy hoá các bon hữu cơ bằng dung dịch kali bicromat dư trong môi trường axit sunfuric, sử dụng nhiệt do quá trình hoà tan axit sunfuric đậm đặc vào dung dịch bicromat. Sau đó chuẩn độ lượng dư bicromat bằng dung dịch sắt hai, từ đó suy ra hàm lượng các bon hữu cơ.

Phương pháp này có khả năng oxy hoá được 75% tổng lượng các bon hữu cơ trong mẫu, do đó khi tính kết quả phải nhân với tỷ số 100/75 để quy về toàn bộ tổng lượng các bon hữu cơ có trong mẫu.

4.2. Phương tiện thử

4.2.1. Máy móc thiết bị

- Tủ sấy $200^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$
- Cân phân tích có độ chính xác 0,0002g
- Rây 0,2mm.
- Bình tam giác chịu nhiệt 250ml
- Buret 50ml, độ chính xác 0,1ml
- Tấm amiăng cách nhiệt
- Các dụng cụ khác trong phòng thí nghiệm

4.2.2. Thuốc thử

- Axit sunfuric $d=1,84$ (H_2SO_4)
- Axit photphoric 85% (H_3PO_4)
- Dung dịch tiêu chuẩn kali bicromat 1N ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$).

Cân 49,040g $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ (TKHH đã sấy khô ở 105°C trong 2 giờ, để nguội trong bình hút ẩm) vào cốc dung tích 1 lít, thêm 400ml nước, khuấy tan, chuyển vào bình định mức dung tích 1000ml, thêm nước đến vạch định mức, lắc đều. Bảo quản kín ở 20°C .

- Dung dịch sắt hai amoni sunfat nồng độ khoảng 0,5M (muối Mhor).

Cân 196g muối Mhor ($\text{FeSO}_4 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) vào cốc dung tích 1 lít, thêm 50ml axit H_2SO_4 đặc, thêm 450ml nước, khuấy tan, chuyển vào bình định mức 1000ml, thêm nước đến vạch định mức, lắc đều, để cho lắng trong, nếu đục phải lọc. Bảo quản kín trong lọ màu nâu ở 20°C , tránh xâm nhập của không khí.

- Chỉ thị màu: Có thể sử dụng một trong ba chỉ thị màu sau đây:

a/ Dung dịch chỉ thị màu ferroin O.phenalthrolin:

Cân 0.695g sắt hai sunfat ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) và 1,485g O.phenalthrolin monohydrat ($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$), hoà tan trong 100ml nước

b/ Dung dịch chỉ thị màu bari diphenylamin sunfonat 0,16%

Cân 0,16 gam bari diphenylamin sunfonat, hoà tan trong 100ml nước.

c/ Dung dịch chỉ thị màu axit N-phenylanthranilic.

Cân 0,1g axit N-phenylanthranilic và 0,1g Na_2CO_3 trộn đều với một ít nước cất và sau hoà tan thành 100ml.

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

4.3. Chuẩn bị thử

Chuẩn bị tấm cách nhiệt bằng amiăng, đặt ở nhiệt độ phòng trên 25°C nơi không có quạt gió.

4.4. Tiến hành thử

- Cân chính xác một lượng mẫu (0,100gam đến 0,200gam) đã được chuẩn bị, có chứa không quá 50mg cacbon hữu cơ cho vào bình tam giác chịu nhiệt 250ml.
- Thêm 20,0ml dung dịch tiêu chuẩn $K_2Cr_2O_7$ 1N
- Thêm nhanh 40ml H_2SO_4 đặc từ ống đong, lắc nhẹ trộn đều
- Đặt bình lên trên tấm cách nhiệt amiăng để yên trong thời gian 30 phút
- Sau đó thêm 100ml nước và 10ml axit H_3PO_4 đậm đặc, để nguội ở nhiệt độ phòng
- Tiến hành đồng thời hai mẫu trắng không có mẫu thử, đồng nhất cùng điều kiện như mẫu thử.
- Trường hợp mẫu sau khi oxy hoá có màu xanh cần phải làm lại, cân lượng mẫu ít hơn, hoặc tăng thêm lượng bicromat sử dụng.

Chuẩn độ

- Thêm 0,5ml chỉ thị màu và chuẩn độ lượng dư bicromat bằng dung dịch muối Mhor 0,5M tới chuyển màu. Chuẩn độ tới gần điểm kết thúc chuyển màu, phải nhỏ từng giọt và lắc đều cho đến khi chuyển màu đột ngột, nếu chuẩn độ quá dư, cho thêm 0,5ml dung dịch $K_2Cr_2O_7$ 1N và tiếp tục chuẩn độ một cách thận trọng, cộng thêm thể tích dung dịch $K_2Cr_2O_7$ thêm vào thể tích dung dịch $K_2Cr_2O_7$ đã sử dụng.
- Phương pháp xác định chỉ có kết quả tốt khi lượng dư bicromat còn trên 40% lượng đã sử dụng, nghĩa là khi số ml dung dịch muối Mhor chuẩn độ hết ít hơn 16ml, cần phải làm lại, cân lượng mẫu ít hơn, hoặc tăng thêm lượng bicromat sử dụng.

Ghi chú:

* Chuyển màu của chỉ thị:

Chỉ thị màu ferroin O.phenaltrolin, chuyển từ xanh tối sang đỏ

Chỉ thị màu bari diphenylamin sunfonat, chuyển từ xanh tím sang xanh lá cây

Chỉ thị màu axit N-phenylanthranilic, chuyển từ tím sang xanh lá cây

* 20ml dung dịch $K_2Cr_2O_7$ 1N chỉ có thể oxy hoá được tối đa 50mg C vì vậy với mẫu có hàm lượng các bon hữu cơ lớn hơn 20%, phải cân một lượng mẫu nhỏ hơn 0,2 gam.

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 tục sử dụng 20ml $K_2Cr_2O_7$ 1N.

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

Trong đó:

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)

1,724 Hệ số chuyển đổi từ cacbon hữu cơ sang chất hữu cơ.

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 10% so với trị số trung bình của phép đo thì phải kiểm tra lại.

PHỤ LỤC A

RỬA URÊ TRONG MẪU PHÂN HỖN HỢP HỮU CƠ KHOÁNG CÓ TRỘN URÊ

Các mẫu phân hỗn hợp hữu cơ khoáng có trộn phân urê phải rửa hết urê trước khi xác định axit humic và axit fulvic, bởi phân urê có ảnh hưởng lớn tới kết quả xác định axit humic và axit fulvic. Cách rửa như sau:

- Cân chính xác 20gam mẫu cho vào cốc 250ml
- Thêm khoảng 100ml dung dịch HCl 0,01N, khuấy nhẹ, rửa gạn nhiều lần qua phễu lọc đã biết trọng lượng giấy lọc, rồi dồn tất cả cặn trong cốc sang giấy lọc. Gom lấy cặn, loại bỏ nước lọc.
- Sấy khô cặn và giấy lọc ở nhiệt độ $70^{\circ}C$ trong thời gian 4 giờ.
- Cân khối lượng cặn và giấy lọc khô, tính ra khối lượng cặn khô, tính ra hệ số chuyển đổi từ khối lượng mẫu khô (đã rửa và sấy) sang khối lượng mẫu thực tế ban đầu.
- Nghiền cặn khô qua rây 0,2mm, sử dụng làm mẫu phân tích
- Kết quả phân tích được nhân với hệ số chuyển đổi từ khối lượng mẫu khô (đã rửa và sấy) sang khối lượng mẫu thực tế ban đầu.