

TIÊU CHUẨN NGÀNH
10 TCN 450:2001
PHÂN TÍCH CÂY TRỒNG

PHƯƠNG PHÁP PHÂN HUỖ MẪU ĐỂ XÁC ĐỊNH MỘT SỐ NGUYÊN TỐ

1. Phạm vi áp dụng:

Tiêu chuẩn này quy định các phương pháp phân huỷ mẫu cây trồng khô đã được chuẩn bị theo 10TCN 449-2001 để xác định hàm lượng các nguyên tố P, K, Ca, Mg, S, Fe...(trừ N).

2. Nguyên tắc:

Sử dụng phương pháp phân huỷ khô hoặc phân huỷ ướt (đốt khô hoặc đốt ướt) để phân huỷ các hợp chất chứa các nguyên tố tùy theo tính chất của mẫu và yêu cầu xác định các nguyên tố.

3. Các phương pháp phân huỷ mẫu cây trồng.

3.1. Phương pháp phân huỷ khô.

3.1.1. Phạm vi áp dụng.

Phương pháp phân huỷ khô áp dụng để xác định tất cả các nguyên tố trừ nitơ và lưu huỳnh.

3.1.2. Nguyên tắc:

Tro hoá mẫu ở nhiệt độ 500 (500c trong lò nung, sau đó hòa tan tro trong dung dịch axit.

3.1.3. thiết bị, thuốc thử.

3.1.3.1. thiết bị:

- Cân phân tích độ chính xác 0,0002g
- Lò nung
- Cốc đốt (chịu nhiệt)100ml
- Bếp điện
- Bình định mức 50ml

- Nồi đun cách thuỷ

3.1.3.2. Thuốc thử

- Dung dịch HCl 1N: Hoà tan 82ml HCl đặc ($d= 1,19$) thành 1 lít dung dịch.
- Nước có độ dẫn điện nhỏ hơn 2 (S/cm, pH 5,6-7,0

3.1.4. Cách tiến hành.

3.1.4.1. Cân chính xác 1,0000g mẫu đã được chuẩn bị theo 10TCN 449-2001 cho vào chén nung bằng sứ.

3.1.4.2. Tro hoá sơ bộ trên bếp điện, tránh để ngọn lửa cháy bùng, sau đó cho vào lò nung ở nhiệt độ khoảng 450-550°C đến khi cháy hết chất hữu cơ, mẫu chuyển sang màu trắng (thời gian nung khoảng 4-5 giờ).(Ghi chú 1)

3.1.4.3. Chuyển tro qua cốc đốt 100ml với 10ml dung dịch HCl 1N và đun cốc trên bình cách thuỷ khoảng 30 phút (đậy bằng mặt kính đồng hồ).

3.1.4.4. Lọc qua giấy lọc, thu dung dịch lọc vào bình định mức 50ml. Rửa qua giấy lọc 3-4 lần, mỗi lần khoảng 10ml nước nóng, sau khi nguội thêm nước đến vạch định mức. Lắc trộn đều dung dịch lọc.

3.1.4.6. Dung dịch lọc có nồng độ hcl khoảng 0,2n được sử dụng để xác định các nguyên tố trừ nitơ và lưu huỳnh.

Ghi chú 1:

1. Trường hợp một số mẫu thực vật có nhiều silic, phân huỷ theo thủ tục trên sẽ chưa hoà tan được hoàn toàn các hợp chất chứa các nguyên tố. Trong trường hợp này cần phân huỷ mẫu bằng HF theo thủ tục sau:

- Cân chính xác 1,0000g mẫu cho vào chén bạch kim, sơ bộ tro hoá trên bếp điện, sau đó nung trong lò nung ở nhiệt độ khoảng 450-550°C trong 2 giờ. Lấy chén ra và để nguội.
- Làm ẩm tro bằng một vài giọt nước và 0,5ml HCl đặc.
- Đun cẩn thận trên bếp điện cho đến khi bắt đầu xuất hiện khói
- Lọc rửa qua phễu lọc và hứng nước lọc vào bình định mức 50ml, rửa 3-4 lần mỗi lần khoảng 5ml nước nóng.
- Chuyển giấy lọc và cặn vào chén bạch kim, cho vào lò nung, tro hoá ở 550°C khoảng 30 phút. Lấy chén bạch kim ra khỏi lò nung, để nguội.
- Cẩn thận thêm 5ml HF và cô cạn trên bếp ở nhiệt độ 250°C, sau đó thêm 1ml HCl đặc và khoảng 5ml nước cất, đun nhẹ cho tan và lọc.
- Tiếp tục lọc rửa bằng nước nóng 3-4 lần, hứng dung dịch lọc vào bình định mức 50ml trên. Sau khi để nguội thêm nước đến vạch định mức.
- Dung dịch lọc thu được có nồng độ HCl khoảng 1%, sử dụng để xác định các nguyên tố trừ Nitơ và lưu huỳnh.

2. Trường hợp một số mẫu sau khi nung theo 3.1.4 còn lại một ít các bon -mẫu chưa hoàn toàn trắng (hoặc có yêu cầu phân tích các nguyên tố vết), cần tiến hành phân huỷ bổ sung bằng HNO₃.

Sau khi tro hoá mẫu bằng lò nung đến 3.1.4.2 rồi tiếp tục các bước sau:

- Thêm 3ml HNO₃ 5N vào mẫu sau khi tro hoá trong lò nung đã để nguội
 - Cô cạn khô trên bếp điện (mẫu có axit nitric không được để vào lò nung vì ở 200°C HNO₃ đã bị phân huỷ mạnh)
 - Cho mẫu đã cô khô vào lò nung đang nguội và tăng nhiệt độ lên 400°C khoảng 15 phút (bằng phương pháp này chất hữu cơ sẽ cháy hết và các nguyên tố sẽ giải phóng hoàn toàn. Nếu mẫu chưa trắng là do màu của Mangan).
 - Lấy chén ra khỏi lò nung, để nguội, cho thêm 3ml HCl đậm đặc và cô trên bếp cách cát cho đến khô.
 - Để nguội và thêm 5ml HCl 2N, lắc cho tan cặn
 - Lọc và rửa bằng nước nóng 3-4 lần, hứng dung dịch vào bình định mức 50ml, sau khi để nguội thêm nước cho đến vạch định mức.
 - Dung dịch lọc thu được dùng để xác định các nguyên tố trừ N và S.
 - Khi phân tích các nguyên tố vết phải sử dụng nước siêu sạch (<0,2 (S/cm))
3. Trường hợp mẫu xác định Bo cần được tẩm ướt bằng dung dịch NaOH 5% trước khi phân huỷ
- Khoảng 0,5-1ml cho 1gam mẫu.

3.2. Phương pháp phân huỷ ướt bằng HNO₃

3.2.1. Phạm vi áp dụng

Phương pháp phân huỷ ướt bằng HNO₃ áp dụng cho các mẫu cây khô để xác định các nguyên tố P, K, S, Ca, Mg, Fe...trừ nitơ.

3.2.2. Nguyên tắc

Sử dụng axit nitric oxy hoá mẫu, hoà tan các hợp chất.

Phương pháp sử dụng axit nitric không bảo đảm sự oxy hoá hoàn toàn, tuy nhiên mức độ sai số thấp, có thể sử dụng thay thế phương pháp phân huỷ khô.

3.2.3. Thiết bị, thuốc thử.

3.2.3.1. Thiết bị:

- Cân phân tích độ chính xác 0,0002g
- Bình phân huỷ mẫu và bếp phân huỷ mẫu có điều khiển nhiệt độ.
- Bình định mức 50ml

3.2.3.2. Thuốc thử

- HNO₃ tinh khiết (70%)
- Nước có độ dẫn điện nhỏ hơn 0,2 (S/cm pH 5,6-7,0)

3.2.4. Cách tiến hành.

- Cân chính xác 0,2500g mẫu cây đã được chuẩn bị theo 10TCN 449-2001 cho vào bình phân huỷ.
- Cho 5ml HNO₃ tinh khiết (70%) vào bình phân huỷ, lắc nhẹ. (Khi cho axit chú ý lõi cuốn mẫu bám ở thành bình xuống đáy)
- Nhiệt độ phân huỷ ban đầu ở 500C trong 2 giờ (hoặc ngâm mẫu qua đêm ở nhiệt độ trong phòng). Sau đó phân huỷ ở nhiệt độ 800C trong 30 phút. Tiếp tục phân huỷ ở nhiệt độ 1250C trong 260 phút (kể cả thời gian làm tăng nhiệt độ). Trong suốt quá trình phân huỷ cần chú ý theo dõi nhiệt độ, đề phòng phản ứng quá mạnh sủi bọt, trào mẫu ra ngoài. Tuyệt đối không được để nhiệt độ lên trên 1300C sẽ làm sai kết quả phân tích một số nguyên tố như lưu huỳnh...
- Để nguội mẫu đã phân huỷ, chuyển sang bình định mức 50ml bằng dung dịch HNO₃ 1% hoặc HCl 1% đến vạch định mức. (Ghi chú 2)

Ghi chú 2:

Ngoài phương pháp phân huỷ ướt bằng HNO₃ còn có thể sử dụng các phương pháp:

a. Sử dụng hỗn hợp hai axit HNO₃ 70% + HClO₄ 70% tỉ lệ thể tích 2:1 phân huỷ mẫu xác định P, K, S, Ca, Mg, Fe...

Tiến hành theo thủ tục sau:

- Cân chính xác 0,2500g mẫu cho vào bình phân huỷ.
 - Thêm 5ml hỗn hợp 2 axit
 - Phân huỷ ban đầu ở nhiệt độ 500C trong 2 giờ, hoặc ngâm mẫu qua đêm ở nhiệt độ trong phòng.
 - Tiếp tục phân huỷ ở nhiệt độ 1500C trong 1 giờ, sinh ra khí nitơ oxit màu nâu.
 - Tăng nhiệt độ phân huỷ lên 2000C, duy trì nhiệt độ này trong 2 giờ. Tại nhiệt độ này sẽ có khói trắng do sự phân huỷ axit pecloric. Mẫu chuyển thành trắng hoặc màu vàng rom là kết thúc.
 - Để nguội mẫu, cho thêm 1ml HCl đặc, tiếp tục phân huỷ ở 2000C trong 30 phút.
 - Để nguội bình phân huỷ và chuyển qua bình định mức 50ml, bằng dung dịch HCl 1% đến vạch định mức.
- b. Sử dụng H₂SO₄ và H₂O₂ phân huỷ một mẫu đồng thời xác định N, P, K
- Cân chính xác 0,2500g mẫu cho vào ống phân huỷ
 - Thêm 5ml H₂SO₄ đặc tinh khiết (d= 1,84)

- Thêm 1ml H_2O_2 30%
- Để mẫu qua đêm, sau đó phân hủy ở nhiệt độ $225^{\circ}C$ cho đến khi axit còn lại chỉ khoảng 2ml.
- Lấy bình ra để nguội, sau đó cho 4 giọt H_2O_2 30%, lắc nhẹ và tiếp tục đun trên bếp khoảng 4-5 phút
- Lấy bình ra để nguội, tiếp tục xử lý lặp lại H_2O_2 như trên cho đến khi mẫu chuyển sang màu vàng rơm (có thể đến 10-15 lần xử lý H_2O_2).
- Để nguội mẫu và chuyển qua bình định mức 100ml, thêm nước đến vạch
- Dung dịch thu được để xác định hàm lượng N,P,K. (Lưu ý mẫu có hàm lượng N cao dễ mắc sai số lớn).

Tailieu.vn