

TCVN 11408:2016

Xuất bản lần 1

**PHÂN BÓN RẮN - XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG TRO
KHÔNG HÒA TAN TRONG AXIT**

*Solid fertilizers -
Determination of acid-insoluble ash content*

HÀ NỘI - 2016

Lời nói đầu

TCVN 11408:2016 do Viện Thổ nhưỡng Nông hoá biên soạn, Bộ Nông nghiệp và Phát triển Nông thôn đề nghị, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Phân bón rắn - Xác định hàm lượng tro không hòa tan trong axit

Solid fertilizers - Determination of acid-insoluble ash content

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp khối lượng để xác định hàm lượng tro không hòa tan trong axit của các loại phân bón rắn.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau đây là cần thiết để áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi, bổ sung (nếu có).

TCVN 4851:1989 (ISO 3696:1987), *Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm- Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử*;

TCVN 10683:2015 (ISO 8358:1991), *Phân bón rắn – Phương pháp chuẩn bị mẫu để xác định các chỉ tiêu hóa học và vật lý*.

3 Nguyên tắc

Mẫu thử nghiệm được xử lý bằng dung dịch HCl với tỷ lệ HCl:H₂O là 1:4 theo thể tích. Nung cạn không hòa tan sau xử lý ở nhiệt độ 800 °C. Cặn thu được sau nung được xử lý tiếp bằng dung dịch HCl 1:4, lọc lấy cặn và sấy khô. Lượng cặn sấy khô là lượng tro không hòa tan trong axit.

4 Thuốc thử

Thuốc thử sử dụng để pha các chất chuẩn đạt loại tinh khiết hoá học, thuốc thử sử dụng để phân tích đạt loại tinh khiết phân tích.

TCVN 11408:2016

4.1 Nước, nước sử dụng trong quá trình phân tích có độ tinh khiết phù hợp với quy định trong TCVN 4851 (ISO 3639).

4.2 Axit clohydric đậm đặc (HCl) $d = 1,19$ g/ml.

4.3 Dung dịch axit clohydric trong nước, tỷ lệ 1: 4 theo thể tích

Lấy 200 ml axit clohydric (HCl) đậm đặc (4.2) hòa tan với khoảng 600 ml nước trong bình định mức dung tích 1000 ml, lắc đều, cho nước tới vạch mức, lắc đều.

5 Thiết bị, dụng cụ

Sử dụng các thiết bị, dụng cụ thông thường trong phòng thí nghiệm và các thiết bị, dụng cụ như sau:

5.1 Cân phân tích, độ chính xác 0,0001 g.

5.2 Thiết bị cách thủy, điều khiển được nhiệt độ.

5.3 Lò nung, nhiệt độ $1000\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$.

5.4 Tủ sấy, nhiệt độ $150\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$.

5.5 Bình định mức, dung tích 1000 ml.

5.6 Bình tam giác, dung tích 500 ml.

5.7 Ống đong, dung tích 50; 100 ml.

5.8 Giấy lọc không tro, có đường kính lỗ từ 6 μm đến 8 μm .

5.9 Nắp kính đồng hồ.

5.10 Màng lọc amiăng chịu axit.

5.11 Cốc nung sứ, dung tích khoảng 35 ml.

5.12 Phễu lọc thủy tinh, đường kính từ 6 cm đến 10 cm.

5.13 Phễu lọc gooch.

5.14 Bình hút ẩm, chất hút ẩm thích hợp.

6 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu

Mẫu được chuẩn bị theo TCVN 10683:2015.

7 Cách tiến hành

7.1 Cân 2 g mẫu thử chính xác đến 0,0001 g đã được chuẩn bị theo mục 6 cho vào bình tam giác dung tích 500 ml (5.6), cho thêm 100 ml dung dịch HCl (4.3) bằng ống đong (5.7), đậy lại bằng nắp kính đồng hồ (5.9).

7.2 Đặt bình chứa mẫu (7.1) vào thiết bị cách thủy (5.2) sao cho mực nước trong bình ngang bằng mực nước trong thiết bị cách thủy, đun 30 min trong nước nóng nhiệt độ 98- 100 °C. Cứ 10 min lại khuấy dung dịch một lần.

7.3 Lấy bình ra khỏi thiết bị cách thủy, để nguội khoảng 30 min, đem lọc qua giấy lọc không tro (5.8).

7.4 Rửa cặn trên giấy lọc bằng nước (4.1) vài ba lần.

7.5 Cuộn giấy lọc có chứa cặn cho vào cốc nung (5.11) và nung trong lò nung (5.3) khoảng 60 min ở nhiệt độ $800\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$.

7.6 Để nguội cốc và chuyển toàn bộ chất bên trong cốc sang bình tam giác dung tích 500 ml ban đầu, cho vào bình 50 ml dung dịch HCl (4.3), đậy lại và lại tiếp tục tiến hành như (7.2).

7.7 Sấy phễu lọc gooch (5.13) cùng với giấy lọc (5.8) và màng lọc amiăng (5.10) ở nhiệt độ 125 °C khoảng 20 min, để nguội trong bình hút ẩm và cân.

7.8 Sau 30 min, lấy bình ra khỏi thiết bị cách thủy, lọc qua phễu lọc gooch có chứa màng lọc amiăng nằm trên giấy lọc đã được xử lý theo mục 7.7. Rửa cặn vài lần bằng nước.

7.9 Làm khô phễu lọc có chứa cặn khoảng 60 min ở nhiệt độ 125 °C, để nguội trong bình hút ẩm và cân.

7.10 Thử nghiệm được lặp lại ít nhất hai lần.

7.11 Chuẩn bị đồng thời mẫu trắng không có mẫu thử, tiến hành đồng nhất điều kiện như mẫu thử.

8. Tính kết quả

8.1 Hàm lượng tro (C_T) tính theo phần trăm, theo công thức sau:

$$C_T (\%) = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100$$

Trong đó:

m_1 là khối lượng phễu lọc gooch có chứa mẫu, tính bằng g;

m_2 là khối lượng phễu lọc gooch không chứa mẫu, tính bằng g;

m là khối lượng mẫu thử, tính bằng g.

TCVN 11408:2016

8.2 Kết quả phép thử là giá trị trung bình các kết quả của ít nhất hai lần thử được tiến hành song song. Nếu sai lệch giữa các lần thử lớn hơn 10 % so với giá trị trung bình của phép thử thì phải tiến hành lại.

9 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm cần bao gồm những thông tin sau:

- a) Viện dẫn tiêu chuẩn này;
- b) Đặc điểm nhận dạng mẫu;
- c) Kết quả thử nghiệm;
- d) Mọi thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này hoặc những điều được coi là tùy chọn và các yếu tố có thể ảnh hưởng đến kết quả thử nghiệm;
- e) Ngày thử nghiệm.

Thư mục tài liệu tham khảo

[1] AOAC 955.03: *Ash (Acid- Insoluble) of Fertilizers*.
