

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 9285:2018**

Xuất bản lần 2

**PHÂN BÓN – XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG MAGIE  
TỔNG SỐ BẰNG PHƯƠNG PHÁP PHỔ HẤP THỤ  
NGUYÊN TỬ NGỌN LỬA**

*Fertilizers – Determination of total magnesium content by  
flame atomic absorption spectrometry*

**HÀ NỘI - 2018**

**Lời nói đầu**

**TCVN 9285:2018** thay thế TCVN 9285:2012

**TCVN 9285:2018** do Viện Quy hoạch và Thiết kế Nông nghiệp 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 – Xác định hàm lượng magie tổng số bằng phương pháp phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa

*Fertilizers – Determination of total magnesium content by flame atomic absorption spectrometry*

### 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng magie tổng số trong phân bón bằng phép đo phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa.

Tiêu chuẩn này áp dụng đối với phân bón có hàm lượng magie không lớn hơn 5 %.

### 2 Tài liệu viện dẫn

Tài liệu viện dẫn sau đây là rất cần thiết khi áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng bản được nêu. Đối với tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các bản 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 9297, *Phân bón – Phương pháp xác định độ ẩm.*

TCVN 9486:2018, *Phân bón – Lấy mẫu.*

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

Phân hủy và chuyển hóa magie trong mẫu phân bón bằng hỗn hợp axit nitric và axit clohydric đậm đặc, xác định hàm lượng magie trong dung dịch bằng phép đo phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa.

#### 4 Hóa chất và thuốc thử

Trừ khi có quy định khác, trong quá trình phân tích chỉ sử dụng các hóa chất, thuốc thử có cấp độ tinh khiết phân tích và nước cất phù hợp với TCVN 4851:1989 (ISO 3696 :1987) hoặc nước có độ tinh khiết tương đương (sau đây gọi là nước).

**4.1 Axit nitric ( $\text{HNO}_3$ ) đậm đặc, ( $d = 1,40$ ).**

**4.2 Axit clohydric ( $\text{HCl}$ ) đậm đặc, ( $d = 1,19$ ).**

**4.3 Axit pecloric ( $\text{HClO}_4$ ) đậm đặc, ( $d = 1,54$ ).**

**4.4 Dung dịch axit clohydric ( $\text{HCl}$ ) 1 %**

Lấy 22,6 ml axit clohydric ( $\text{HCl}$ ) đậm đặc (4.2) hòa tan với khoảng 600 ml nước trong bình định mức dung tích 1000 ml. Thêm nước đến vạch định mức và lắc đều.

**4.5 Dung dịch axit clohydric ( $\text{HCl}$ ) 10 %**

Lấy 226 ml axit clohydric ( $\text{HCl}$ ) đậm đặc (4.2) hòa tan vào khoảng 500 ml nước trong bình định mức dung tích 1000 ml. Thêm nước đến vạch định mức và lắc đều.

**4.6 Dung dịch phân hủy mẫu**

Pha hỗn hợp axit nitric ( $\text{HNO}_3$ ) đậm đặc (4.1) và axit clohydric ( $\text{HCl}$ ) đậm đặc (4.2) với tỷ lệ 1:3 theo thể tích (*pha ngay trước khi sử dụng*).

**4.7 Lantan clorua ( $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ).**

**4.8 Lantan clorua ( $\text{LaCl}_3$ ), dung dịch 5 %**

Cân chính xác 13,37 g lantan clorua (4.7) hòa tan vào khoảng 60 ml dung dịch axit clohydric ( $\text{HCl}$ ) 1 % (4.4) trong bình định mức dung tích 100 ml, lắc đều. Thêm dung dịch axit clohydric ( $\text{HCl}$ ) 1 % (4.4) tới vạch định mức và lắc đều.

**4.9 Dung dịch tiêu chuẩn magie gốc 1000 mg/l.**

**4.10 Dung dịch tiêu chuẩn magie 100 mg/l**

Dùng pipet lấy 10 ml dung dịch tiêu chuẩn magie gốc 1000 mg/l (4.9) cho vào bình định mức dung tích 100 ml, thêm dung dịch axit clohydric  $\text{HCl}$  1 % (4.4) tới vạch định mức, lắc đều, thu được dung dịch tiêu chuẩn magie 100 mg/l.

**4.11 Dung dịch tiêu chuẩn magie 10 mg/l.**

Dùng pipet lấy 10 ml dung dịch tiêu chuẩn magie 100 mg/l (4.10) cho vào bình định mức dung tích 100 ml, thêm dung dịch axit clohydric ( $\text{HCl}$ ) 1 % (4.4) tới vạch định mức, lắc đều, thu được dung dịch tiêu chuẩn magie 10 mg/l.

**4.12 Dãy dung dịch tiêu chuẩn magie nồng độ từ 0 mg/l đến 1 mg/l và từ 0 mg/l đến 10 mg/l**

Lập đường chuẩn của magie trong axit clohydric (HCl) 1 % (4.4) và phụ gia lantan clorua ( $\text{LaCl}_3$ ) 5 % (4.8).

Sử dụng bình định mức dung tích 100 ml, cho vào mỗi bình thứ tự số mililit dung dịch tiêu chuẩn magie, dung dịch lantan clorua ( $\text{LaCl}_3$ ) 5 % (4.8), dung dịch axit clohydric (HCl) 1 % (4.4) vừa đủ 100 ml thu được dung dịch tiêu chuẩn magie theo Bảng 1 và Bảng 2.

**Bảng 1 – Dãy dung dịch tiêu chuẩn magie nồng độ từ 0 mg/l đến 1 mg/l**

| Số hiệu bình  | S0   | S1  | S2  | S3  | S4  | S5  | S6  |
|---|------|-----|-----|-----|-----|-----|-----|
| Thể tích dung dịch tiêu chuẩn magie 10 mg/l lấy vào mỗi bình (ml) | 0    | 1   | 2   | 4   | 6   | 8   | 10  |
| Thể tích dung dịch lantan clorua 5 % thêm vào mỗi bình (ml)       | 10   | 10  | 10  | 10  | 10  | 10  | 10  |
| Thể tích dung dịch axit clohydric 1 % thêm đến vạch định mức (ml) | 90   | 89  | 88  | 86  | 84  | 82  | 80  |
| Nồng độ dung dịch tiêu chuẩn magie (mg/l)                         | 0,00 | 0,1 | 0,2 | 0,4 | 0,6 | 0,8 | 1,0 |

**Bảng 2 – Dãy dung dịch tiêu chuẩn magie nồng độ từ 0 mg/l đến 10 mg/l**

| Số hiệu bình   | S0   | S1   | S2   | S3   | S4   | S5   | S6    |
|--|------|------|------|------|------|------|-------|
| Thể tích dung dịch tiêu chuẩn magie 100 mg/l lấy vào mỗi bình (ml) | 0    | 1    | 2    | 4    | 6    | 8    | 10    |
| Thể tích dung dịch lantan clorua 5 % thêm vào mỗi bình (ml)        | 10   | 10   | 10   | 10   | 10   | 10   | 10    |
| Thể tích dung dịch axit clohydric 1 % thêm đến vạch định mức (ml)  | 90   | 89   | 88   | 86   | 84   | 82   | 80    |
| Nồng độ dung dịch tiêu chuẩn magie (mg/l)                          | 0,00 | 1,00 | 2,00 | 4,00 | 6,00 | 8,00 | 10,00 |

CHÚ THÍCH 1: Dung dịch tiêu chuẩn magie (Bảng 1 và Bảng 2) bảo quản trong tủ lạnh có thể sử dụng trong một tuần.

## 5 Thiết bị và dụng cụ

5.1 Cân phân tích, có độ chính xác đến  $\pm 0,0001$  g.

5.2 Cân kỹ thuật, có độ chính xác đến  $\pm 0,01$  g.

5.3 Thiết bị phân hủy mẫu có bộ phận điều chỉnh nhiệt độ.

## **TCVN 9285:2018**

- 5.4 Máy quang phổ hấp thụ nguyên tử, đèn HCL Mg.**
- 5.5 Bình tam giác, dung tích 100 ml và 250 ml.**
- 5.6 Bình định mức, dung tích 50 ml, 100 ml và 1000 ml.**
- 5.7 Phễu lọc, đường kính từ 6 cm đến 10 cm.**
- 5.8 Pipet, dung tích 1 ml, 2 ml, 5 ml, 10 ml, có độ chính xác từ 0,01 ml đến 0,1 ml.**
- 5.9 Cốc, dung tích 1000 ml.**
- 5.10 Giấy lọc chậm, giấy lọc băng xanh, giấy lọc Whatman số 42 hoặc tương đương.**
- 5.11 Bình phân hủy mẫu, dung tích 100 ml.**
- 5.12 Rây, có đường kính lỗ 0,5 mm, 1,0 mm 2,0 mm.**
- 5.13 Ống đong, dung tích 250 ml.**

## **6 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu**

### **6.1 Lấy mẫu**

Lấy mẫu theo TCVN 9486:2018.

### **6.2 Chuẩn bị mẫu**

**6.2.1 Phân bón dạng rắn:** Chuẩn bị mẫu thử theo TCVN 10683:2015.

#### **6.2.2 Phân bón dạng lỏng**

**6.2.2.1 Dạng dung dịch:** Mẫu lấy ban đầu không ít hơn 50 ml, trước khi lấy mẫu để tiến hành phép thử, mẫu phải được lắc đều.

**6.2.2.2 Dạng lỏng sền sệt:** Mẫu lấy ban đầu không ít hơn 200 g, trước khi lấy mẫu để tiến hành phép thử, mẫu phải được trộn đều.

## **7 Cách tiến hành**

### **7.1 Phân hủy mẫu**

**7.1.1** Cân khoảng 0,5 g đến 2 g mẫu đã được chuẩn bị (6.2.1 và 6.2.2.2), chính xác đến 0,0001 g, và cho vào bình phân hủy mẫu (5.11) (không để mẫu dính ở cổ và thành bình). Đối với mẫu dạng lỏng (6.2.2.1), dùng pipet hút 2 ml đến 3 ml dung dịch mẫu và cân chính xác đến 0,0001 g để xác định khối lượng (g), sau đó tiến hành tương tự như đối với mẫu rắn và mẫu lỏng dạng sền sệt.

**7.1.2** Cho 15 ml hỗn hợp dung dịch phân hủy mẫu (4.6) vào bình phân hủy mẫu (5.11), ngâm ít nhất trong 4 h.

**7.1.3** Đặt bình phân hủy mẫu lên thiết bị phân hủy mẫu (5.3), tăng nhiệt độ từ từ đến 120 °C, đun sôi nhẹ khoảng 60 min.

**7.1.4** Thận trọng tăng nhiệt độ lên không lớn hơn 200 °C, duy trì khoảng 180 min, trong bình xuất hiện khói đậm đặc, tiếp tục cô cạn mẫu.

**7.1.5** Để nguội, hòa tan phần mẫu đã vô cơ hóa với 5 ml dung dịch axit clohydric (HCl) 10 % (4.5), sau đó đun sôi 5 min.

**7.1.6** Để nguội, chuyển toàn bộ dung dịch và cặn từ bình phân hủy sang bình định mức dung tích 50 ml, thêm nước cất đến vạch định mức, lắc đều, lọc hoặc để lắng qua đêm. Đây là dung dịch "A". Để xác định magie, cần thêm dung dịch lantan clorua ( $\text{LaCl}_3$ ) 5 % (4.8) vào dung dịch "A" trước khi đo với tỉ lệ về thể tích dung dịch lantan clorua ( $\text{LaCl}_3$ ) 5 % (4.8) và dung dịch "A" là 1:9.

**7.1.7** Chuẩn bị đồng thời mẫu trắng không có phân bón, tiến hành tương tự như mẫu phân tích.

CHÚ THÍCH 2: Tùy theo kiểu loại thiết bị phân hủy, hàm lượng magie trong mẫu cao hay thấp, có thể giảm lượng dung dịch phân hủy mẫu (4.6) và thời gian ngâm mẫu, thời gian phân hủy tới mức tối thiểu. Trường hợp dung dịch mẫu sau khi phân hủy không "trong" cần làm nguội mẫu rồi thêm vài giọt axit pecloric (4.3), phân hủy tiếp khoảng 30min.

Theo dõi thường xuyên quá trình phân hủy mẫu, không để trào bắn mẫu ra ngoài và không để khô mẫu (nếu thiếu axit phải cho thêm, nhưng không cho quá dư).

## **7.2 Xác định hàm lượng magie bằng phép đo phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa**

**7.2.1** Thiết lập các điều kiện làm việc tối ưu cho thiết bị theo hướng dẫn của nhà sản xuất.

**7.2.2** Xác định magie trong mẫu bằng phép đo phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa.

**7.2.2.1** Đo magie trong mẫu phân bón có hàm lượng magie thấp

Đo dãy dung dịch tiêu chuẩn magie (Bảng 1) để xây dựng đường chuẩn magie và đo nồng độ magie trong mẫu trên máy quang phổ hấp thụ nguyên tử tại bước sóng 285,2 nm sử dụng ngọn lửa axetylen/không khí, dùng dung dịch lantan clorua ( $\text{LaCl}_3$ ) để giảm tác động ion hóa. Các thông số làm việc tuân theo hướng dẫn của nhà sản xuất.

**7.2.2.2** Đo magie trong mẫu phân bón có hàm lượng magie cao

Đo dãy dung dịch tiêu chuẩn magie (Bảng 2) để xây dựng đường chuẩn magie và đo nồng độ magie trong mẫu trên máy quang phổ hấp thụ nguyên tử tại bước sóng 202,6 nm sử dụng ngọn lửa axetylen/không khí, dùng dung dịch lantan clorua ( $\text{LaCl}_3$ ) để giảm tác động ion hóa. Các thông số làm việc tuân theo hướng dẫn của nhà sản xuất.

## 8 Biểu thị kết quả

8.1 Hàm lượng magie (X) trong mẫu phân bón thương phẩm, tính bằng mg/kg, theo công thức 1

$$X = \frac{(a - b) \times f \times V}{m} \quad (1)$$

trong đó:

- a là nồng độ của magie trong dung dịch mẫu, tính bằng miligam trên lit (mg/l);
- b là nồng độ của magie trong dung dịch mẫu trắng, tính bằng miligam trên lit (mg/l);
- f là hệ số pha loãng;
- V là thể tích dung dịch định mức của mẫu (hoặc mẫu trắng) sau khi phân hủy, tính bằng mililit (ml);
- m là khối lượng mẫu cân tính bằng gam (g).

8.2 Hàm lượng magie (X) trong mẫu phân bón khô kiệt, tính bằng mg/kg, theo công thức 2

$$X = \frac{(a - b) \times f \times V \times k}{m} \quad (2)$$

trong đó:

- a là nồng độ của magie trong dung dịch mẫu, tính bằng miligam trên lit (mg/l);
- b là nồng độ của magie trong dung dịch mẫu trắng, tính bằng miligam trên lit (mg/l);
- f là hệ số pha loãng;
- V là thể tích dung dịch định mức của mẫu (hoặc mẫu trắng) sau khi phân hủy, tính bằng mililit (ml);
- m là khối lượng mẫu cân tính bằng gam (g);
- k là hệ số khô kiệt của mẫu (theo TCVN 9297:2012).

8.3 Hàm lượng magie (X) trong mẫu phân bón thương phẩm, tính bằng %, theo công thức 3

$$X = \frac{(a - b) \times f \times V}{m} \times 10^{-4} \quad (3)$$

trong đó:

- a là nồng độ của magie trong dung dịch mẫu, tính bằng miligam trên lit (mg/l);
- b là nồng độ của magie trong dung dịch mẫu trắng, tính bằng miligam trên lit (mg/l);
- f là hệ số pha loãng;



- $V$  là thể tích dung dịch định mức của mẫu (hoặc mẫu trắng) sau khi phân hủy, tính bằng mililit (ml);
- $m$  là khối lượng mẫu cân tính bằng gam (g);
- $10^{-4}$  là hệ số chuyển đổi từ mg/kg sang %.

**8.4** Hàm lượng magie ( $X$ ) trong mẫu phân bón khô kiệt, tính bằng %, theo công thức 4

$$X = \frac{(a-b) \times f \times V \times k}{m} \times 10^{-4} \quad (4)$$

trong đó:

- $a$  là nồng độ của magie trong dung dịch mẫu, tính bằng miligam trên lit (mg/l);
- $b$  là nồng độ của magie trong dung dịch mẫu trắng, tính bằng miligam trên lit (mg/l);
- $f$  là hệ số pha loãng;
- $V$  là thể tích dung dịch định mức của mẫu (hoặc mẫu trắng) sau khi phân hủy, tính bằng mililit (ml);
- $m$  là khối lượng mẫu cân tính bằng gam (g);
- $k$  là hệ số khô kiệt của mẫu (theo TCVN 9297:2012);
- $10^{-4}$  là hệ số chuyển đổi từ mg/kg sang %.

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

## 9 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm bao gồm ít nhất những thông tin sau:

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