

TCVN **TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

TCVN 12622:2019

Xuất bản lần 1

**PHÂN BÓN – XÁC ĐỊNH LƯU HUỖNH
(DẠNG SULFAT) HÒA TAN TRONG NƯỚC BẰNG
PHƯƠNG PHÁP KHỐI LƯỢNG**

*Fertilizers – Determination of water - soluble sulfur (sulfates form) by
gravimetric method*

HÀ NỘI – 2019

Lời nói đầu

TCVN 12622:2019 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 lưu huỳnh (dạng sulfat) hòa tan trong nước bằng phương pháp khối lượng

Fertilizers – Determination of water-soluble sulfur (sulfates form) by gravimetric method

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng lưu huỳnh (dạng sulfat) hòa tan trong nước đối với các loại phân bón.

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 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

Chiết lưu huỳnh (dạng sulfat) trong phân bón bằng phương pháp đun sôi trong nước. Lưu huỳnh hòa tan trong nước được kết tủa dưới dạng bari sulfat bằng phản ứng với bari clorua. Sau đó lọc, rửa kết tủa, sấy khô, nung và cân.

4 Thuốc thử

Trừ khi có quy định khác, trong quá trình phân tích chỉ sử dụng các 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 Hydro peroxit (H_2O_2) đậm đặc.

4.2 Axit clohydric (HCl) đậm đặc ($d = 1,184$).

4.3 Etanol (C_2H_5OH) 95 %.

4.4 Bari clorua ($BaCl_2 \cdot 2H_2O$) dạng rắn.

4.5 Phenolphthalein ($C_{20}H_{14}O_4$) dạng rắn.

4.6 Dung dịch bari clorua (100 g/L): Hòa tan 100 g bari clorua (4.4) với khoảng 500 mL nước trong bình định mức dung tích 1000 mL. Thêm nước đến vạch định mức và lắc đều.

4.7 Dung dịch axit clohydric (2:1): Hòa tan hai phần thể tích axit clohydric đậm đặc (4.2) với một phần thể tích nước.

4.8 Dung dịch phenolphthalein ($C_{20}H_{14}O_4$) 1 g/100 mL: Hòa tan 1 g phenolphthalein (4.5) với khoảng 50 mL etanol 95 % (4.3) trong bình định mức dung tích 100 mL. Thêm etanol đến vạch mức và lắc đều.

5 Thiết bị và dụng cụ

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

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

5.2 Bếp điện có điều chỉnh nhiệt độ.

5.3 Bếp cách thủy

5.4 Rây, có đường kính lỗ 1,0 mm.

5.5 Tủ sấy, có điều chỉnh nhiệt độ.

5.6 Lò nung, có điều chỉnh nhiệt độ.

5.7 Giấy lọc định tính, giấy lọc whatman kích thước lỗ lọc 6 μm hoặc tương đương.

5.8 Giấy lọc định lượng, giấy lọc whatman kích thước lỗ lọc 2 μm hoặc tương đương.

5.9 Bình hút ẩm.

5.10 Cối chà sứ.

5.11 Chén sứ, dung tích khoảng 30 mL.

6 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu

6.1 Lấy mẫu

Tiêu chuẩn này không quy định phương pháp lấy mẫu. Mẫu nên được lấy 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

Cân khoảng 1 g đến 5 g mẫu đã được chuẩn bị (6.2.1 và 6.2.2.2), chính xác đến 0,0001 g, và cho vào cốc dung tích 600 mL (không để mẫu dính ở cổ và thành bình). Đối với mẫu dạng lỏng (6.2.2.1), dùng pipet hút 2 mL đến 5 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.

CHÚ THÍCH 1: Đối với các mẫu có lượng lưu huỳnh hòa tan nhỏ hơn 3 %, cân 5 g mẫu. Đối với các mẫu có lượng lưu huỳnh hòa tan lớn hơn 3 %, cân 1 g.

Thêm khoảng 400 mL nước vào cốc, đậy bằng nắp kính đồng hồ và đun sôi trên thiết bị có điều chỉnh nhiệt khoảng 30 min.

Để nguội và để yên đến nhiệt độ phòng trong khoảng 24 h, sau đó chuyển định lượng vào bình định mức dung tích 500 mL, định mức đến vạch bằng nước và lắc đều.

Lọc dung dịch qua giấy lọc (5.7) vào bình chứa khô, loại bỏ phần dung dịch đầu, được dung dịch A (dịch lọc phải trong suốt) dùng xác định ngay lưu huỳnh.

Dùng pipet hút chính xác một thể tích dung dịch A (chứa khoảng 20 mg đến 30 mg S) vào cốc cao dung tích 250 mL. Thêm 50 mL nước và 5 mL hydro peroxit đậm đặc (4.1), đun trên bếp cách thủy ở 80 °C đến 90 °C trong khoảng 1 h, trong khi đun thỉnh thoảng khuấy đều.

TCVN 12622:2019

Để nguội, thêm khoảng 1 mL axit clohydric 2:1 (4.7), sau đó thêm nước đến khoảng 100 mL và tiếp tục đun sôi khoảng 5 min trên bếp cách thủy. Thêm ngay lập tức 6 mL dung dịch bari clorua (4.6) đã được làm nóng (70 °C đến 80 °C), khuấy đều.

Để nguội trong vài phút cho đến khi kết tủa hoàn toàn (thêm một vài giọt bari clorua đã được làm nóng ở 70 °C đến 80 °C để kiểm tra lượng kết tủa bari sunfat mới được hình thành).

Thêm dư 2 mL dung dịch bari clorua (4.6) đã được làm nóng (70 °C đến 80 °C), lắc đều. Tiếp tục đun trên bếp cách thủy ở 80 °C đến 90 °C trong khoảng 2 h, để nguội trong vòng 4 h.

Lọc kết tủa bằng giấy lọc (5.8), tráng rửa bình chứa nhiều lần bằng nước để chuyển hết kết tủa lên giấy lọc. Đặt giấy lọc có chứa kết tủa vào chén nung (đã được nung ở 800 °C ± 5 °C đến khối lượng không đổi và cân với độ chính xác 0,0001 g). Sấy khô chén ở khoảng 110 °C đến 120 °C trong 1 h và sau đó nâng nhiệt độ để tro hóa rồi nung mẫu ở nhiệt độ 800 °C ± 5 °C đến khối lượng không đổi (khoảng 2 h). Lấy chén nung ra, để nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng và cân chính xác đến 0,0001 g.

Tiến hành thử đồng thời một mẫu trắng trong cùng điều kiện, cùng lượng các loại thuốc thử nhưng không có mẫu phân tích.

8 Biểu thị kết quả

Hàm lượng lưu huỳnh (S), tính bằng phần trăm khối lượng, theo công thức:

$$\%S = \frac{(m_1 - m_2) \times 0,1373}{m} \times 100$$

trong đó

m_1 là khối lượng kết tủa bari sunfat của mẫu sau khi nung, tính bằng gam (g);

m_2 là khối lượng kết tủa bari sunfat của mẫu trắng sau khi nung, tính bằng gam (g);

m là khối lượng mẫu có mặt trong phần mẫu được lấy để kết tủa; tính bằng gam (g);

0,1373 là hệ số quy đổi từ bari sunfat sang lưu huỳnh.

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;

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] AOAC 980.02, *Sulfur in fertilizers gravimetric method (Phương pháp khối lượng xác định lưu huỳnh trong phân bón)*
 - [2] BS EN 15961:2017, *Fertilizers – Extraction of water-soluble calcium, magnesium, sodium and sulfur in the form of sulfates (Phân bón – Chiết canxi, magie, natri và lưu huỳnh ở dạng sulfat tan trong nước)*
-

- d) 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;
- e) Ngày thử nghiệm.