

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 13263-8:2020

Xuất bản lần 1

PHÂN BÓN –

**PHẦN 8: XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG BO HÒA TAN TRONG AXIT
BẰNG PHƯƠNG PHÁP QUANG PHỔ HẤP THỤ PHÂN TỬ**

Fertilizers –

Part 8: Determination of acid – soluble boron content by spectrophotometric method

HÀ NỘI - 2020

Lời nói đầu

TCVN 13263-8:2020 thay thế TCVN 10679:2015.

TCVN 13263-8:2020 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.

Bộ tiêu chuẩn TCVN 13263:2020 *Phân bón*, bao gồm các tiêu chuẩn sau.

TCVN 13263-1:2020, Phần 1: *Phân bón – Xác định hàm lượng vitamin A bằng phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao*

TCVN 13263-2:2020, Phần 2: *Phân bón – Xác định hàm lượng vitamin B bằng phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao*

TCVN 13263-3:2020, Phần 3: *Phân bón – Xác định hàm lượng vitamin C bằng phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao*

TCVN 13263-4:2020, Phần 4: *Phân bón – Xác định hàm lượng vitamin E bằng phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao*

TCVN 13263-5:2020, Phần 5: *Phân bón – Xác định hàm lượng nhóm auxins bằng phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao*

TCVN 13263-6:2020, Phần 6: *Phân bón – Xác định hàm lượng nhóm gibberellin bằng phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao*

TCVN 13263-7:2020, Phần 7: *Phân bón – Xác định hàm lượng Bo hòa tan trong nước bằng phương pháp quang phổ hấp thụ phân tử*

TCVN 13263-8:2020, Phần 8: *Phân bón – Xác định hàm lượng Bo hòa tan trong axit bằng phương pháp quang phổ hấp thụ phân tử*

TCVN 13263-9:2020, Phần 9: *Phân bón – Xác định độ pH*

TCVN 13263-10:2020, Phần 10: *Phân bón – Xác định tỷ trọng*

Phân bón –**Phần 8: Xác định hàm lượng Bo hòa tan trong axit bằng phương pháp quang phổ hấp thụ phân tử***Fertilizers –**Part 8: Determination of acid - soluble boron content by spectrophotometric method***1 Phạm vi áp dụng**

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng bo hòa tan trong axit của các loại phân bón bằng phép đo quang phổ hấp thụ phân tử.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau là rất cần thiết khi áp dụng tiêu chuẩn. 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 bản sửa đổi, (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 bo trong phân bón bằng dung dịch axit clohydric 1 %. Bo trong dung dịch chiết tạo phức màu vàng với chỉ thị azomethin – H trong môi trường đệm amoni axetat và được xác định bằng phép đo quang phổ hấp thụ phân tử tại bước sóng 410 nm.

4 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 clohydric (HCl), $d = 1,19$.

4.2 Amoni axetat ($\text{CH}_3\text{COONH}_4$) tinh thể.

4.3 Muối EDTA (EDTA-Na_2) ($\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) tinh thể.

4.4 Axit axetic (CH_3COOH) đậm đặc, $d = 1,05$.

4.5 Azomethin – H ($\text{C}_{17}\text{H}_{12}\text{NNaO}_8\text{S}_2$) tinh thể.

4.6 Axit ascorbic ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$) tinh thể.

4.7 Axit clohydric, 1 %

Lấy 22,6 mL axit clohydric đậm đặc (4.1) hòa tan với khoảng 600 mL nước trong bình định mức dung tích 1000 mL. Thêm nước đến vạch định mức và lắc đều.

4.8 Dung dịch che EDTA

Cân 150 g amoni axetat (4.2), 20 g EDTA- Na_2 (4.3), cho vào cốc dung tích 1000 mL. Thêm vào 80 mL axit axetic (4.4) và 300 mL nước, khuấy tan hoàn toàn. Chuyển toàn bộ dung dịch vào bình định mức dung tích 1000 mL, thêm nước đến vạch định mức, lắc đều. Kiểm tra độ pH của dung dịch, điều chỉnh pH dung dịch về $4,8 \pm 0,1$. Chuyển dung dịch vào chai nhựa và sử dụng trong 3 tháng.

4.9 Dung dịch thuốc thử màu azomethin – H

Hoà tan 0,5 g azomethin - H (4.5) và 2,5 g axit ascorbic (4.6) với khoảng 50 mL nước, đun nóng ở nhiệt độ 35 °C đến 40 °C cho tan hoàn toàn, để nguội và thêm 12,5 mL dung dịch che EDTA (4.8), sau đó chuyển toàn bộ dung dịch trên vào bình định mức dung tích 250 mL, thêm nước đến vạch định mức, lắc đều. Bảo quản hỗn hợp trong tủ lạnh và sử dụng trong vòng 2 ngày đến 3 ngày.

4.10 Hydro peroxit (H_2O_2) đậm đặc.

4.11 Dung dịch chuẩn gốc Bo (B), 1000 mg/L.

4.12 Dung dịch chuẩn Bo, 100 mg/L

Dùng pipet (5.7) hút chính xác 10 mL dung dịch chuẩn gốc Bo (4.11) cho vào bình định mức dung tích 100 mL, thêm axit clohydric 1 % (4.7) tới vạch định mức, lắc đều, thu được dung dịch chuẩn Bo 100 mg/L.

4.13 Dung dịch chuẩn Bo, 10 mg/L

Dùng pipet (5.7) hút chính xác 10 mL dung dịch chuẩn Bo (4.12) cho vào bình định mức dung tích 100 mL, thêm axit clohydric 1 % (4.7) tới vạch định mức, lắc đều, thu được dung dịch chuẩn Bo 10 mg/L.

4.14 Dãy dung dịch chuẩn Bo nồng độ từ 0,5 mg/L đến 2,5 mg/L

Sử dụng bình định mức dung tích 100 mL, dùng pipet (5.7) hút chính xác lần lượt theo thứ tự số mililit dung dịch chuẩn Bo 10 mg/L (4.13) cho vào mỗi bình, thêm dung dịch axit clohydric 1 % (4.7) vừa đủ 100 mL thu được dung dịch chuẩn Bo theo Bảng 1.

Bảng 1 – Dãy dung dịch chuẩn B nồng độ từ 0 mg/L đến 2,5 mg/L

Số hiệu bình	Blank	S1	S2	S3	S4	S5
Thể tích dung dịch chuẩn Bo 10 mg/L lấy vào mỗi bình (mL)	0	5	10	15	20	25
Thể tích clohydric 1 % thêm đến vạch định mức (mL)	100	95	90	85	80	75
Nồng độ dung dịch Bo chuẩn (mg/L)	0,0	0,5	1,0	1,5	2,0	2,5

CHÚ THÍCH: Nồng độ dãy dung dịch đường chuẩn có thể thay đổi phù hợp với điều kiện của phòng thử nghiệm.

5 Thiết bị và dụng cụ

Các thiết bị, dụng cụ thông thường trong phòng thí nghiệm không chứa Bo và:

- 5.1 Máy quang phổ hấp thụ phân tử.
- 5.2 Cân phân tích, độ chính xác 0,0001 g.
- 5.3 Máy lắc có điều chỉnh tốc độ lắc.
- 5.4 Rây, đường kính lỗ 1 mm.
- 5.5 Giấy lọc, Whatman số 3 hoặc tương đương.
- 5.6 Cốc thủy tinh dung tích 100; 500; 1000 mL.
- 5.7 Pipet thủy tinh dung tích 1; 2; 5; 10; 25 mL.
- 5.8 Bình nhựa dung tích 25; 50; 100 mL.
- 5.9 Bình định mức dung tích 50; 100; 250; 500; 1000 mL.

TCVN 13263-8:2020

6 Chuẩn bị mẫu

6.1 Lấy mẫu

Mẫu 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

7.1 Chiết mẫu

Tùy thuộc vào hàm lượng Bo trong mẫu, cân từ 0,5 g đến 3 g mẫu đã được chuẩn bị theo (6.2.1 và 6.2.2.2), chính xác đến 0,0001 g, và cho vào bình định mức dung tích 100 mL (V). Đối với mẫu dạng lỏng (6.2.2.1), dùng pipet (5.7) hút 0,5 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;

Thêm 50 mL dung dịch axit clohydric 1 % (4.7), lắc với tốc độ khoảng 30 r/min đến 40 r/min trong khoảng 1 h;

Thêm dung dịch axit clohydric 1 % (4.7) đến vạch định mức, lắc đều. Lọc dung dịch qua giấy lọc (5.5), dung dịch thu được (A) để xác định Bo.

7.2 Loại bỏ màu trong dung dịch chiết mẫu (Đối với mẫu có chứa thành phần hữu cơ và dung dịch chiết có màu)

Dùng pipet (5.7) hút chính xác 25 mL dung dịch chiết (A) thu được tại 7.1 cho vào cốc dung tích 100 mL. Thêm 5 mL dung dịch hydro peroxit đậm đặc (4.10). Đậy cốc bằng nắp kính đồng hồ, để yên ở nhiệt độ phòng trong khoảng 1 h, sau đó đun sôi trong 30 min. Nếu cần, để nguội dung dịch và thêm tiếp 5 mL dung dịch hydro peroxit đậm đặc (4.10), đun sôi để loại bỏ lượng hydro peroxit dư. Để nguội đến nhiệt độ phòng và chuyển định lượng vào bình định mức dung tích 50 mL, định mức đến vạch. Dung dịch thu được (B) dùng để phân tích Bo.

7.3 Chuẩn bị dung dịch mẫu thử

Pha loãng một phần dịch chiết (7.1) hoặc (7.2) để thu được nồng độ bo như quy định trong 4.14. Ghi lại hệ số pha loãng (k).

7.4 Chuẩn bị dung dịch hiệu chuẩn nền (Bước này tiến hành cho các mẫu phân bón mà dung dịch sau khi được xử lý loại bỏ màu và chất hữu cơ vẫn có màu)

Nếu dung dịch 7.3 có màu, chuẩn bị dung dịch hiệu chuẩn nền tương ứng bằng cách cho vào bình nhựa có dung tích 50 mL: 5 mL dung dịch mẫu có màu (7.3), 5 mL dung dịch che EDTA (4.8) và 5 mL nước, lắc kỹ.

7.5 Chuẩn bị mẫu trắng

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

7.6 Xác định hàm lượng Bo bằng phép đo quang phổ hấp thụ phân tử**7.6.1 Phát triển màu**

Dùng pipet hút chính xác 5 mL dung dịch chuẩn Bo theo Bảng 1 (4.14), dung dịch mẫu thử (7.3) và dung dịch mẫu trắng (7.5) vào các bình nhựa có dung tích 50 mL. Thêm 5 mL dung dịch che EDTA (4.8) và 5 mL dung dịch thuốc thử màu azomethin – H (4.9), lắc kỹ, để dung dịch phát triển màu trong bóng tối khoảng 2,5 h đến 3 h.

7.6.2 Xác định độ hấp thụ quang của dung dịch chuẩn, mẫu thử và mẫu trắng bằng UV – VIS tại bước sóng 410 nm

Kiểm tra và cài đặt các thông số của máy UV-VIS theo hướng dẫn của nhà sản xuất. Khởi động máy trước khi đo ít nhất 15 min cho máy ổn định.

Xây dựng đường chuẩn: Đo độ hấp thụ quang ở bước sóng 410 nm của dãy dung dịch chuẩn bo đã được phát triển màu theo 7.6.1.

Xác định độ hấp thụ quang ở bước sóng 410 nm của dung dịch mẫu thử và mẫu trắng đã được phát triển màu theo 7.6.1 từ đường chuẩn thu được.

Đối với mẫu có màu, dung dịch so sánh (dung dịch blank) được thay bằng dung dịch hiệu chuẩn nền (7.4).

8 Biểu thị kết quả

8.1 Hàm lượng Bo (X) trong mẫu phân bón, tính bằng phần trăm (%) khối lượng, theo công thức (1):

$$X(\%) = \frac{(C_1 - C_0) \times V}{m \times 10^4} \times k \quad (1)$$

trong đó

TCVN 13263-8:2020

- C_1 là hàm lượng Bo đo được trong mẫu thử, tính bằng miligam trên lit (mg/L);
- C_0 là hàm lượng Bo đo được trong mẫu trắng, tính bằng miligam trên lit (mg/L);
- m là khối lượng mẫu cân, tính bằng gam (g);
- V là thể tích dung dịch chiết mẫu thử, tính bằng mililit (mL);
- k là hệ số pha loãng;
- 10^4 là hệ số chuyển đổi từ mg/kg sang %.

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

$$X(\text{mg / kg}) = \frac{(C_1 - C_0) \times V}{m} \times k \quad (2)$$

trong đó:

- C_1 là hàm lượng Bo đo được trong mẫu thử, tính bằng miligam trên lit (mg/L);
- C_0 là hàm lượng Bo đo được trong mẫu trắng, tính bằng miligam trên lit (mg/L);
- m là khối lượng mẫu cân, tính bằng gam (g);
- V là thể tích dung dịch chiết mẫu thử, tính bằng mililit (mL);
- k là hệ số pha loãng.

Kết quả phép thử là giá trị trung bình các kết quả của ít nhất hai lần thử được tiến hành song song, sai lệch giữa chúng không được vượt quá 15 % so với giá trị trung bình.

10 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm cần có đầy đủ 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.

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] AOAC 982.01: *Boron (Acid – and water – soluble) in fertilizers. Spectrophotometric Method [Bo hòa tan trong axit và nước) trong phân bón – Phương pháp quang phổ]*
- [2] *Official Journal of the European Union 2003 - Method 9.5 — Determination of boron in fertiliser extracts by means of spectrometry with azomethine-H (Tạp chí chính thức của Liên minh châu Âu 2003 – Phương pháp 9.5 – Xác định bo trong dịch chiết phân bón bằng phép đo phổ với azomethine-H)*
-