

TCVN 10683:2015

ISO 8358:1991

Xuất bản lần 1

**PHÂN BÓN RẮN – PHƯƠNG PHÁP CHUẨN BỊ MẪU
ĐỂ XÁC ĐỊNH CÁC CHỈ TIÊU HÓA HỌC VÀ VẬT LÝ**

*Solid fertilizers – Preparation of samples for
chemical and physical analysis*

HÀ NỘI - 2015

Lời nói đầu

TCVN 10683:2015 hoàn toàn tương đương với ISO 8358:1991

TCVN 10683:2015 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.

Lời giới thiệu

Tiêu chuẩn này trình bày các quá trình xử lý mẫu từ mẫu phòng thí nghiệm cho đến phần thử nghiệm dùng để phân tích hay thử nghiệm. Thông thường, một số thử nghiệm hóa học hay vật lý có thể được tiến hành trên cùng một mẫu phòng thử nghiệm và tiêu chuẩn này mô tả quá trình chuẩn bị mẫu thử nghiệm mà từ đó các phần thử nghiệm được lấy ra cho các thử nghiệm khác nhau. Sơ đồ chuẩn bị mẫu được biểu thị ở sơ đồ 1.

Quá trình chuẩn bị một hay nhiều mẫu phòng thử nghiệm từ mẫu tổng hợp được mô tả trong ISO 7742. Sử dụng các tiêu chuẩn khác, đã được công bố hay đang được soạn thảo mô tả kỹ thuật lấy mẫu, kế hoạch lấy mẫu tổng hợp từ nguồn phân bón.

Điều quan trọng là tất cả các khâu được trình bày trong tiêu chuẩn này cần phải được thực hiện thận trọng và chính xác sao cho mẫu thử nghiệm phải đại diện cho mẫu ban đầu.

Phân bón rắn – Phương pháp chuẩn bị mẫu để xác định các chỉ tiêu hóa học và vật lý

Solid fertilizers – Preparation of samples for chemical and physical analysis

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định các phương pháp chuẩn bị mẫu thử nghiệm và phần thử nghiệm từ các mẫu phòng thử nghiệm đối với phân bón dạng rắn để phân tích chỉ tiêu hóa học và vật lý. Tiêu chuẩn này không bao gồm việc chuẩn bị mẫu thử nghiệm cho các phép thử vật lý yêu cầu khối lượng phần thử nghiệm lớn hơn 2 kg.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau đây là cần thiết để áp dụng cho tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng phiên 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).

ISO 3310-1:1982, *Test sieves- Technical requirements and testing- Part 1: Test sieves of metal wire cloth (Sàng thử nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp kiểm định- Phần 1: Kiểm định rây lưới thép)*.

ISO 5306:1983, *Fertilizers- Presentation of sampling reports (Phân bón – Trình bày báo cáo lấy mẫu)*.

ISO 7410:1983, *Fertilizers and soil conditioners – Final samples- Practical arrangements (Phân bón và chất cải tạo đất – Mẫu cuối- Cách tiến hành trong thực tế)*.

ISO/TR 7553:1987, *Fertilizers- Sampling- Minimum mass of increment to be taken to be representative of total sampling unit (Phân bón- Lấy mẫu – Khối lượng tối thiểu có thể đại diện cho đơn vị lấy mẫu tổng)*.

ISO 7742:1988, *Solid fertilizers- Reduction of samples (Phân bón rắn – Giảm lược mẫu)*

ISO 8157:1984, *Fertilizer and soil conditioners- Vocabulary (Phân bón và chất cải tạo đất- Từ vựng)*.

3 Thuật ngữ và định nghĩa

Tiêu chuẩn này sử dụng các thuật ngữ và định nghĩa nêu trong ISO 8157 và các thuật ngữ, định nghĩa sau:

3.1 Giản lược mẫu: Là quá trình làm ra mẫu đại diện có khối lượng nhỏ hơn từ mẫu có khối lượng lớn và loại bỏ lượng mẫu thừa.

3.2 Phân chia mẫu: Là quá trình phân chia mẫu đại diện thành các phần thử nghiệm có khối lượng gần như nhau, không hoặc có rất ít mẫu thừa.

4 Nguyên tắc

Giản lược và phân chia mẫu phòng thử nghiệm thành các mẫu thử nghiệm theo yêu cầu. Chuẩn bị các phần thử nghiệm bằng cách phân chia các mẫu thử nghiệm (có nghiền hoặc không nghiền) hay phối trộn các mẫu thử nghiệm với nhau sao cho phù hợp với yêu cầu của chỉ tiêu cần phân tích.

5 Thiết bị và dụng cụ

5.1 Máy chia mẫu quay tròn hay máy chia mẫu lòng máng, phù hợp với yêu cầu của ISO 7742.

5.2 Máy nghiền mẫu

Máy nghiền mẫu theo yêu cầu của tiêu chuẩn này phải được kiểm tra mức độ phù hợp.

Đặc biệt cần kiểm tra các đặc tính sau:

- a) Độ nghiền mịn đạt được;
- b) Sự tăng nhiệt độ mẫu trong quá trình nghiền.

Máy nghiền mẫu phải có khả năng chứa toàn bộ mẫu trong một lần nghiền và tốt nhất là phải hoàn toàn kín. Máy phải có rây, hoặc nếu không có rây thì phải có bộ phận cơ học tương thích sao cho mẫu nghiền đi qua máy và chuyển vào bình hứng và tránh sử dụng máy phay và máy nghiền dạng đĩa để tránh nghiền mịn quá. Trong trường hợp sử dụng máy nghiền có rây, độ mịn của mẫu có thể được điều chỉnh bằng cách sử dụng các loại rây có kích cỡ lỗ khác nhau. Quá trình nghiền cần được kéo dài cho đến thời điểm càng nhiều phân bón đi qua máy nghiền càng tốt.

CHÚ THÍCH 1: Nếu máy nghiền là loại hở, độ ẩm của phân bón có thể thay đổi đáng kể trong quá trình nghiền.

5.3 Cối và chày, Cối và chày, được làm từ vật liệu thích hợp và có kích cỡ phù hợp.

5.4 Rây thử nghiệm, phù hợp với ISO 3310-1, đường kính lỗ danh định là 1,0 mm, 0,5 mm và 0,18 mm.

CHÚ THÍCH 2: Trong trường hợp có các quy chuẩn quốc gia và do bản chất của phân bón, có thể sử dụng rây có kính cỡ lỗ khác, nhưng phải được thông báo trong báo cáo chuẩn bị mẫu.

5.5 Bình đựng mẫu, được làm từ chất liệu nhựa, thủy tinh hay những chất liệu khác có tính bền vững, có nút đậy chặt và kín (xem ISO 7410).

6 Cách tiến hành (Xem hình 1)

CẢNH BÁO 1: Toàn bộ các thao tác theo quy trình này cần phải được tiến hành càng nhanh càng tốt nhằm giảm tối đa sự hấp thụ hay mất nước.

6.1 Chuẩn bị mẫu thử nghiệm ở trạng thái ban đầu

Trộn kỹ toàn bộ mẫu phòng thử nghiệm và tiến hành các bước theo hướng dẫn trong ISO 7742, giảm lượng mẫu (nếu cần) và chia mẫu phòng thử nghiệm thành các mẫu thử nghiệm đại diện với số lượng thích hợp, mỗi mẫu thử nghiệm đại diện có khối lượng khoảng 0,5 kg.

Loại bỏ ngẫu nhiên lượng mẫu thừa và lưu giữ N mẫu thử nghiệm trong bình kín (5.5).

CHÚ THÍCH 3: Số lượng mẫu thử nghiệm tối đa tạo ra theo phương pháp này phụ thuộc vào khối lượng mẫu phòng thử nghiệm ban đầu. Số lượng mẫu thử nghiệm tối thiểu (mỗi mẫu có khối lượng 0,5 kg) phụ thuộc vào bản chất của các chỉ tiêu phân tích và số lần lặp lại. Trong trường hợp chỉ phân tích các chỉ tiêu hóa học và khối lượng mẫu phòng thử nghiệm nhỏ, toàn bộ lượng mẫu phòng thử nghiệm được sử dụng làm mẫu thử nghiệm.

6.2 Bước chuẩn bị tiếp theo các mẫu thử nghiệm buộc phải giữ nguyên trạng thái ban đầu

Mẫu thử nghiệm ở dạng xử lý này bao gồm mẫu dùng để phân tích các chỉ tiêu vật lý, một số chỉ tiêu hóa học nhất định và những mẫu có tính chất đặc biệt thì không được nghiền.

6.2.1 Chuẩn bị các phần thử nghiệm cho phân tích tính chất vật lý

Nếu khối lượng phần thử nghiệm cần thiết lớn hơn 0,5 kg, lựa chọn ngẫu nhiên hai hay nhiều mẫu thử nghiệm (6.1). Trộn các mẫu này lại với nhau và nếu các mẫu thử nghiệm có khối lượng khác nhau, không đúng 0,5 kg, giảm khối lượng mẫu đến kích cỡ cần thiết cho đều, theo như chỉ dẫn trong ISO 7742.

Nếu khối lượng của phần thử nghiệm cần thiết nhỏ hơn 0,5 kg, chọn ngẫu nhiên một mẫu trong N mẫu thử nghiệm (6.1) và tiến hành giảm ước mẫu và phân chia mẫu theo hướng dẫn trong ISO 7742, cho đến khi đạt khối lượng như yêu cầu. Trong quá trình phân chia, tạo ra được một số phần thử nghiệm lặp lại, khi số lượng phần thử nghiệm đã phù hợp với số lần phân tích cần lặp lại thì không cần phải xử lý tiếp. Loại bỏ các tạp chất.

CHÚ THÍCH 4: Tính đại diện của mẫu có thể bị mất trong quá trình tiếp tục chia nhỏ và cần phải tham khảo ISO/TR 7553.

6.2.2 Chuẩn bị phần thử nghiệm để phân tích độ ẩm

Phần thử nghiệm dùng để xác định độ ẩm không được nghiền vì khi nghiền có khả năng làm thay đổi độ ẩm của phân bón. Nếu cần thiết, mẫu có kích thước lớn cần được làm nhỏ bằng cách đập vụn.

Lựa chọn ngẫu nhiên một trong số mẫu thử nghiệm (6.1) và tiến hành giảm ước và chia mẫu theo hướng dẫn trong ISO 7742, cho đến khi phần thử nghiệm đạt được khối lượng cần thiết.

6.2.3 Chuẩn bị phần thử nghiệm cho phân tích các chỉ tiêu hóa học

Một số phân tích hóa học được tiến hành với phần thử nghiệm lấy từ mẫu thử nghiệm không nghiền. Cần phải chú ý sao cho phương pháp xử lý phù hợp với phương pháp phân tích. Một số loại phân bị phân hủy trong quá trình nghiền, đó chính là lý do tại sao không nghiền trước khi phân tích. Những loại phân sau đây có thể bị hiện tượng như vậy: canxi nitrat, canxi magiê nitrat, natri nitrat, canxi xianamit, amoni sulfat, amoni nitrat với hàm lượng N lớn hơn 30 %, urê, xỉ có chứa phosphat thu được trong sản xuất thép, phosphat tự nhiên hòa tan một phần, dicanxi phosphat, phosphat nhôm nung chảy, phosphat canxi nung chảy, phosphat mềm tự nhiên và các loại phân chậm tan.

Chọn ngẫu nhiên một trong số mẫu thử (6.1) tiến hành giảm ước và phân chia mẫu theo hướng dẫn trong ISO 7742 cho đến khi phần thử nghiệm có kích cỡ phù hợp với yêu cầu phân tích.

6.3 Chuẩn bị mẫu thử nghiệm cho phân tích hóa học

Xem 6.2.2 và 6.2.3 cho các trường hợp đặc biệt khi phần thử nghiệm cần phải giữ nguyên trạng thái ban đầu.

CẢNH BÁO 2: Cần phải lưu ý trong quá trình nghiền không được để nhiệt độ vượt quá 45 °C để tránh mất amoniac, v. v...

6.3.1 Tổng quát

Chọn ngẫu nhiên một trong số mẫu thử nghiệm (6.1) và tiến hành theo hướng dẫn được mô tả ở 6.3.2 hay nếu không có máy nghiền mẫu phù hợp, tiến hành theo hướng dẫn trong 6.3.3, hay trong trường hợp đặc biệt khác, tiến hành theo hướng dẫn trong 6.3.4, 6.3.5 hay 6.3.6 sao cho phù hợp.

6.3.2 Sử dụng máy nghiền mẫu

Nghiền mẫu thử nghiệm trong máy nghiền (5.2) cho đến khi toàn bộ mẫu đã đi qua máy, hay trong một khoảng thời gian nhất định phụ thuộc vào công suất của từng loại máy. Cần kiểm tra sao cho quá trình nghiền mẫu thích hợp bằng cách trộn đều và sàng một phần mẫu đã nghiền qua rây có đường kính lỗ 0,5 mm (5.4) và loại bỏ phần mẫu này. Nếu toàn bộ phần mẫu thử nghiệm không qua được rây, cho mẫu trở lại máy nghiền và tiếp tục nghiền cho đến khi đạt được yêu cầu.

CHÚ THÍCH 5: Đối với các mẫu hỗn hợp có chứa một hay nhiều thành phần rất cứng, có thể rất khó nghiền và khó đồng nhất hóa các thành phần. Hướng dẫn được đề cập trong tiểu mục này không áp dụng cho việc nghiền quá nhỏ các loại phân có chứa các thành phần dẻo. Trong trường hợp này, và chỉ trong trường hợp này, có thể chia mẫu thử nghiệm ra thành hai hay nhiều phần để phân tích riêng rẽ.

6.3.3 Sử dụng cối và chày

Rây toàn bộ mẫu thử nghiệm bằng rây có đường kính lỗ 0,5 mm (5.4). Nghiền phần còn lại của mẫu thử nghiệm còn nằm trên rây bằng cối và chày (5.3) cho đến khi toàn bộ lượng mẫu đi qua rây.

Cần tránh nghiền quá mịn mẫu thử trong mọi trường hợp vì có thể ảnh hưởng tới độ hòa tan của các loại hóa chất. Cần thận trọng trong việc làm đồng nhất mẫu.

CHÚ THÍCH 6: Trong trường hợp này, độ ẩm trong phân bón có thể biến động đáng kể trong quá trình nghiền mẫu.

6.3.4 Các sản phẩm khó nghiền bằng cơ học

Các sản phẩm có độ ẩm khác thường hoặc những sản phẩm như supe photphat có thể bị dính khi nghiền cơ học. Trong trường hợp này, có thể nghiền phân bón bằng cối (5.3) sao cho toàn bộ mẫu đi qua được rây có đường kính lỗ 1,0 mm (5.4).

6.3.5 Chất hữu cơ

Có một số vật liệu hữu cơ thực sự không thể xử lý được bằng các biện pháp đã nêu ở trên, thí dụ như: phân gia cầm tươi, da súc vật, sợi len và phế thải động vật. Trong trường hợp này, người phân tích có thể dùng các kinh nghiệm thực tế để làm giảm kích cỡ của mẫu để thu được mẫu đại diện và cần ghi lại biện pháp xử lý trong báo cáo thử nghiệm.

CHÚ THÍCH 7: Rất nhiều loại vật liệu như trên có thể nghiền được sau khi làm lạnh sâu, ví dụ như trong nitơ lỏng.

6.3.6 Các loại phân có chứa các loại vật liệu có các đặc tính khác nhau

Các loại phân này bao gồm các loại vật liệu có sự khác biệt đáng kể về kết cấu, đặc tính cơ học (độ cứng, độ chặt, vv...), khó có thể nghiền được chúng hoàn toàn, thí dụ như hỗn hợp giữa các vật liệu hữu cơ và vô cơ, hay sự phân lớp trong quá trình vận chuyển như kali magiê sunphat. Trong những trường hợp như vậy, cần phải có biện pháp xử lý đặc biệt.

Nên sử dụng máy nghiền để nghiền toàn bộ mẫu thử nghiệm đến độ mịn nhất định. Sau đó tiến hành như đã hướng dẫn ở mục 6.3.2, sử dụng rây có đường kính lỗ 0,18 mm (5.4).

6.3.7 Tạp chất

Nếu mẫu thử nghiệm có tạp chất không thể nghiền được, cần tách chúng ra và xác định khối lượng và thể hiện chúng trong kết quả phân tích. Tạp chất này cần được giữ lại, nếu có thể, ghi lại bản chất của chúng trong báo cáo thử nghiệm.

6.3.8 Bảo quản mẫu thử nghiệm

Cho các mẫu đã được xử lý theo 6.3.2, 6.3.3, 6.3.4, 6.3.5 hay 6.3.6 vào trong bình đựng mẫu sạch (5.5) và đậy kín cho đến khi cần phân tích.

6.3.9 Lấy phần mẫu thử

Trước khi lấy phần mẫu thử để phân tích cần trộn đều mẫu, ví dụ như cán mỏng mẫu trên giấy cứng hay trộn các phần mẫu lại với nhau bằng thìa, tạo mẫu phân tích có khối hình nón cụt và dùng thìa lấy mẫu ngẫu nhiên từng phần nhỏ theo yêu cầu phân tích.

7 Dán nhãn

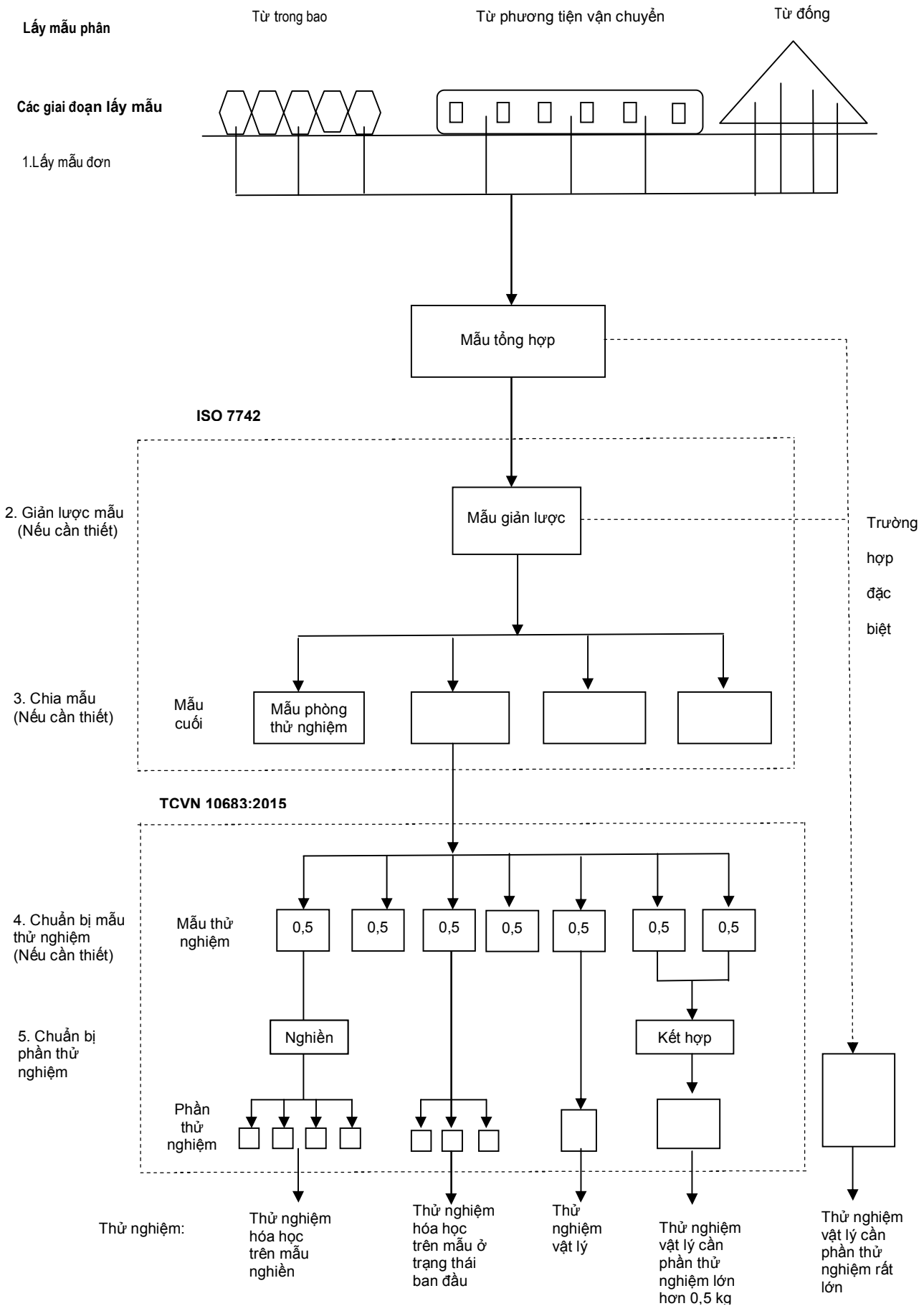
Dán nhãn vào các bình đựng mẫu (5.5) phần thử nghiệm cuối theo như hướng dẫn trong ISO 7410.

8 Báo cáo chuẩn bị mẫu

Cần giữ bản sao báo cáo về phương pháp chuẩn bị mẫu trong suốt thời gian lưu giữ mẫu. Cần phải ghi chép nội dung chuẩn bị mẫu trong báo cáo chuẩn bị mẫu (xem ISO 5306).

Báo cáo chuẩn bị mẫu cần bao gồm các thông tin sau:

- a) Viện dẫn phương pháp tiêu chuẩn này và các điều thích hợp;
- b) Mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu;
- c) Mọi đặc điểm khác thường trong qui trình thực hiện;
- 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.



Hình 1 – Sơ đồ quá trình chuẩn bị mẫu