

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 13263-12:2021

Xuất bản lần 1

**PHÂN BÓN – PHẦN 12: XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG SELEN
TỔNG SỐ BẰNG PHƯƠNG PHÁP QUANG PHỔ HẤP
THỤ NGUYÊN TỬ (KỸ THUẬT HYDRUA HÓA)**

*Fertilizers – Part 12: Determination of total selenium content by atomic
absorption spectrophotometric method (hydride technique)*

HÀ NỘI - 2021

Lời nói đầu

TCVN 13263-12:2021 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 *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*

TCVN 13263-11:2021, Phần 11: *Phân bón – Xác định hàm lượng chitosan bằng phương pháp quang phổ hấp thụ phân tử*

TCVN 13263-12:2021, Phần 12: *Phân bón – Xác định hàm lượng selen tổng số bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử (kỹ thuật hydrua hóa)*

TCVN 13263-13:2021, Phần 13: *Phân bón – Xác định hàm lượng bạc tổng số bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa*

TCVN 13263-14:2021, Phần 14: *Phân bón – Xác định hàm lượng nhôm di động bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa*

TCVN 13263-15:2021, Phần 15: *Phân bón – Xác định hàm lượng natri tổng số bằng phương pháp quang phổ phát xạ ngọn lửa*

Phân bón –

Phần 12: Xác định hàm lượng selen tổng số bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử (kỹ thuật hydrua hóa)

Fertilizers –

Part 12: Determination of total selenium content by atomic absorption spectrophotometric method (hydride technique)

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng selen tổng số trong phân bón bằng phép đo quang phổ hấp thụ nguyên tử kỹ thuật hydrua hóa.

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

Phân hủy và chuyển hóa selen trong mẫu phân bón bằng hỗn hợp axit nitric, axit sulfuric và axit pecloric đậm đặc. Selen trong dịch chiết được khử sơ bộ bằng axit clohydric. Sau đó hydrua được hình thành bằng phản ứng với dung dịch natri bohhydrua trong môi trường axit clohydric 6 mol/L. Xác định hàm lượng selen trong dung dịch bằng phép đo phổ hấp thụ nguyên tử kỹ thuật hydrua hóa tại bước sóng 196,0 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 nitric (HNO_3) đậm đặc, ($d = 1,40$).

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

4.3 Axit sulfuric (H_2SO_4) đậm đặc, ($d = 1,83$).

4.4 Axit pecloric (HClO_4) đậm đặc ($d = 1,67$)

4.5 Dung dịch axit clohydric 6 mol/L

Lấy 500 mL axit clohydric đậm đặc (4.2) hòa tan với khoảng 400 mL nước trong bình định mức dung tích 1000 mL. Thêm nước đến vạch định mức và lắc đều.

4.6 Dung dịch axit clohydric 1 %

Lấy 22,6 mL axit clohydric 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.

4.7 Natri bohydrua (NaBH_4) tinh thể.

4.8 Natri hydroxit (NaOH) tinh thể.

4.9 Dung dịch natri bohydrua 3 %

Hòa tan 1 g natri hydroxit (4.8) với khoảng 20 mL nước, thêm 3 g natri bohydrua (4.7) lắc cho tan hoàn toàn. Chuyển toàn bộ dung dịch vào bình định mức dung tích 100 mL, thêm nước đến vạch và lắc đều. Dung dịch chỉ sử dụng trong ngày.

4.10 Dung dịch chuẩn gốc selen (Se) 1000 mg/L.

4.11 Dung dịch chuẩn selen 10 mg/L

Dùng pipet (5.6) hút chính xác 1 mL dung dịch chuẩn selen 1000 mg/L (4.10) cho vào bình định mức dung tích 100 mL, thêm dung dịch axit clohydric 1 % (4.6) tới vạch định mức, lắc đều, thu được dung dịch chuẩn selen 10 mg/L.

4.12 Dung dịch chuẩn selen 0,1 mg/L

Dùng pipet (5.6) hút chính xác 1 mL dung dịch chuẩn selen 10 mg/L (4.11) cho vào bình định mức dung tích 100 mL, thêm dung dịch axit clohydric 1 % (4.6) tới vạch định mức, lắc đều, thu được dung dịch chuẩn selen 0,1 mg/L. Dung dịch chuẩn selen được bảo quản trong tủ lạnh và sử dụng trong tháng.

5 Thiết bị và dụng cụ

Các 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 phân hủy mẫu** có bộ phận điều chỉnh nhiệt độ.
- 5.3 **Thiết bị quang phổ hấp thụ nguyên tử**, đèn HCL Se.
- 5.4 **Hệ thống tạo hydrua**, là nơi phản ứng xảy ra liên tục (hệ thống dòng chảy liên tục hay hệ thống bơm theo dòng). Hệ thống này phải tương thích với thiết bị quang phổ hấp thụ nguyên tử (5.3). Đốt nóng cuvet thạch anh ở nhiệt độ ít nhất là 900 °C để có thể phân ly hoàn toàn hydrua kim loại.
- 5.5 **Phễu lọc**, đường kính từ 6 cm đến 10 cm.
- 5.6 **Pipet**, dung tích 1; 2; 5; 10 mL, có vạch chia đến 0,1 mL.
- 5.7 **Giấy lọc chậm**, giấy lọc Whatman số 41 hoặc tương đương.
- 5.8 **Bình phân hủy mẫu**, dung tích 100 mL.
- 5.9 **Bình định mức**, dung tích 50; 100; 250; 1000 mL.
- 5.10 **Bếp cách thủy**.
- 5.11 **Nắp kính đồng hồ**.
- 5.12 **Rây**, có đường kính lỗ 1,0 mm.

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 Phân hủy mẫu

7.1.1 Cân khoảng 1 g đến 2 g mẫu (*m*) đã được chuẩn bị (6.2.1 hoặc 6.2.2.2), chính xác đến 0,0001 g. Đối với mẫu dạng lỏng (6.2.2.1), dùng pipet (5.6) lấy 1 mL đến 2 mL dung dịch mẫu và cân chính xác đến 0,0001 g để xác định khối lượng (*m*), cho vào bình phân hủy mẫu (5.8) (không để mẫu dính ở cổ và thành bình).

7.1.2 Thêm khoảng 10 mL dung dịch axit nitric đậm đặc (4.1) và khoảng 5 mL dung dịch axit sulfuric (4.3), đậy nắp kính đồng hồ (5.11) và để yên qua đêm.

7.1.3 Đun nóng nhẹ trên bếp phân hủy mẫu (5.2) ở 170 °C đến 220 °C trong thời gian không dưới 30 min. Khi không còn bọt nữa, nâng nhiệt độ của bếp phân hủy mẫu lên 300 °C, và gia nhiệt cho đến khi hết khói màu vàng nâu.

7.1.4 Để nguội, thêm khoảng 5 mL dung dịch axit pecloric (4.4), đậy nắp kính đồng hồ và đun trên bếp phân hủy mẫu ở 300 °C trong khoảng 2 h đến 3 h cho đến khi mẫu còn khoảng 2 mL.

7.1.5 Để nguội, thêm 5 mL dung dịch axit clohydric 1 % (4.6) đun nhẹ cho tan mẫu. Chuyển toàn bộ mẫu đã phân hủy sang bình định mức dung tích 100 mL (5.9), thêm nước đến vạch mức, lắc đều. Lọc bỏ cặn, dung dịch thu được dùng để xác định selen.

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

7.2 Xác định hàm lượng selen bằng phép đo phổ hấp thụ nguyên tử kỹ thuật hydrua

7.2.1 Khử Se (VI) thành Se (IV)

7.2.1.1 Dùng pipet hút chính xác 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 và 5 mL dung dịch chuẩn selen 0,1 mg/L (4.10) cho vào các bình định mức dung tích 50 mL. Thêm 10 mL nước và 15 mL dung dịch axit clohydric đậm đặc (4.2). Đun cách thủy ở nhiệt độ 90 °C đến 100 °C trong vòng 1 h. Để nguội, thêm nước đến vạch và lắc đều. Các dung dịch này có nồng độ selen tương ứng là 0; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 và 10,0 µg/L.

7.2.1.2 Dùng pipet lấy 1,0 mL dung dịch mẫu trắng (7.1.6) và dung dịch mẫu thử nghiệm (7.1.5) cho vào các bình định mức dung tích 50 mL, cho thêm vào 15 mL dung dịch axit clohydric đậm đặc (4.2). Đun cách thủy ở nhiệt độ 90 °C đến 100 °C trong vòng 1 h. Để nguội, thêm nước đến vạch và lắc đều.

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

7.2.3 Xác định selen trong mẫu bằng phép đo phổ hấp thụ nguyên tử kỹ thuật hydrua

Đo dãy dung dịch chuẩn selen để xây dựng đường chuẩn selen và đo nồng độ selen trong mẫu thử và mẫu trắng trên thiết bị quang phổ hấp thụ nguyên tử tại bước sóng 196,0 nm, sử dụng kỹ thuật

hydrua với chất mang natri bohydrua 3 % (4.9), các thông số làm việc tuân theo hướng dẫn của nhà sản xuất.

8 Biểu thị kết quả

Hàm lượng selen (X) trong mẫu phân bón, tính bằng mg/kg, theo công thức sau

$$X = \frac{(a - b) \times f \times V}{m \times 1000}$$

trong đó:

- a là nồng độ của selen trong dung dịch mẫu, tính bằng microgam trên lit ($\mu\text{g/L}$);
- b là nồng độ của selen trong dung dịch mẫu trắng, tính bằng microgam trên lit ($\mu\text{g/L}$);
- 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);
- 1000 là hệ số chuyển đổi từ μg sang mg.

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.

9 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm cần có đầy đủ 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 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] ISO 20280:2007 *Soil quality – Determination of arsenic, antimony and selenium in aqua regia soil extracts with electrothermal or hydride- generation atomic absorption spectrometry*
(*Chất lượng đất – Xác định asen, antimon và selen trong dịch chiết đất bằng phép đo quang phổ hấp thụ nguyên tử tạo hydrua hoặc nhiệt điện tử*)
 - [2] SMEWW 3114B:2017, *Standard methods for examination of water and wastewater*
(*Phương pháp xác định nước và nước thải*)
 - [3] TCVN 11403:2016 *Phân bón – Xác định hàm lượng Asen tổng số bằng phương pháp hấp thụ nguyên tử*
-