

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 13263-14:2021

Xuất bản lần 1

**PHÂN BÓN – PHẦN 14: XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG
NHÔM DI ĐỘNG BẰNG PHƯƠNG PHÁP QUANG
PHỔ HẤP THỤ NGUYÊN TỬ NGỌN LỬA**

*Fertilizers – Part 14: Determination of mobile aluminum content by flame atomic
absorption spectrophotometric method*

HÀ NỘI - 2021

Lời nói đầu

TCVN 13263-14:2021 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 14: Xác định hàm lượng nhôm di động bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa***Fertilizers –**Part 14: Determination of mobile aluminium content by flame atomic absorption spectrophotometric method***1 Phạm vi áp dụng**

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

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

Phương pháp dựa trên nguyên tắc chiết rút Al^{3+} bằng dung dịch KCl 1 mol/L, (pH = 5,6 – 6,0) và được xác định bằng phép đo phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa tại bước sóng 309,3 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 Kali clorua (KCl) tinh thể.

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

4.3 Kali hydroxit (KOH) tinh thể.

4.4 Dung dịch axit clohydric 0,5 mol/L

Lấy 41,7 mL dung dịch 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.

4.5 Dung dịch kali hydroxit 0,5 mol/L

Hòa tan 28 g kali hydroxit tinh thể (4.3) với 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 kali clorua 1 mol/L

Hòa tan 74,6 g kali clorua tinh thể (4.1) với khoảng 500 mL nước trong bình định mức dung tích 1000 mL, thêm nước đến khoảng 950 ml. Lắc đều, kiểm tra độ pH bằng máy đo pH. Điều chỉnh dung dịch đến pH khoảng từ 5,8 đến 6,0 [dùng HCl 0,5 mol/L (4.4) hoặc KOH 0,5 mol/L (4.5)]. Thêm nước đến vạch mức và lắc đều.

4.7 Dung dịch kali clorua 1 g/L

Hòa tan 1,91 g kali clorua tinh thể (4.1) trong 22,6 mL axit clohydric đậm đặc (4.2) trong bình định mức dung tích 1000 mL. Thêm nước đến vạch định mức và lắc đều.

4.8 Dung dịch chuẩn gốc nhôm 1000 mg/L (bán sẵn ngoài thị trường).

4.9 Dây dung dịch chuẩn nhôm nồng độ từ 0 mg/L đến 50 mg/L

Pha dãy tiêu chuẩn của nguyên tố nhôm trong dung dịch kali clorua 1 g/L (4.7).

Sử dụng bảy bình định mức dung tích 100 mL, dùng pipet (5.4) hút chính xác lần lượt theo thứ tự số mililit dung dịch chuẩn nhôm 1000 mg/L (4.8), cho vào mỗi bình, thêm dung dịch kali clorua 1 g/L (4.7) vừa đủ 100 mL, thu được dãy dung dịch chuẩn nhôm (xem Bảng 1).

Bảng 1 – Dãy dung dịch chuẩn nhôm nồng độ từ 0 mg/L đến 50 mg/L

Số hiệu bình	S0	S1	S2	S3	S4	S5	S6
Thể tích dung dịch chuẩn nhôm 1000 mg/L (4.8) lấy vào mỗi bình (mL)	0	0,5	1,0	2,0	3,0	4,0	5,0
Thể tích dung dịch kali clorua 1 g/L (4.7) thêm đến vạch định mức (mL)	100	99,5	99	98	97	96	95
Nồng độ dung dịch chuẩn nhôm thu được (mg/L)	0,00	5	10	20	30	40	50

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

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 $\pm 0,001$ g.
- 5.2 Thiết bị quang phổ hấp thụ nguyên tử, đèn HCL Al.
- 5.3 Phễu lọc, đường kính từ 6 cm đến 10 cm.
- 5.4 Pipet, dung tích 1; 2; 5; 10; 25; 50 mL, có vạch chia từ 0,01 mL đến 0,1 mL.
- 5.5 Giấy lọc chậm, giấy lọc Whatman số 3 hoặc tương đương.
- 5.6 Bình tam giác, dung tích 100; 250 mL.
- 5.7 Bình định mức, dung tích 100; 250; 1000 mL.
- 5.8 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.

TCVN 13263-14:2021

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

Cân khoảng 10 g đến 20 g mẫu (m) đã được chuẩn bị (6.2.1 và 6.2.2.2), chính xác đến 0,001 g. Đối với mẫu dạng lỏng (6.2.2.1), dùng pipet (5.5) lấy 10 mL đến 20 mL dung dịch mẫu và cân chính xác đến 0,001 g để xác định khối lượng (m), cho vào bình tam giác dung tích 250 mL (không để mẫu dính ở cổ và thành bình).

Thêm 100 mL dung dịch kali clorua 1 mol/L (4.6) ở nhiệt độ phòng, lắc đều trong 60 min hoặc để qua đêm. Lọc qua giấy lọc (5.5) vào bình tam giác có dung tích 250 mL (5.6), tráng và rửa cặn bằng khoảng 50 mL dung dịch kali clorua 1 mol/L (4.6). Dung dịch thu được sau đó được đưa vào bình định mức dung tích 250 mL (V) (5.7), thêm nước đến vạch mức, lắc đều. Dung dịch thu được (A) dùng để xác định Al^{3+} .

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

7.2 Xác định hàm lượng nhôm 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 nhôm trong mẫu bằng phép đo phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa

Đo dãy dung dịch chuẩn nhôm để xây dựng đường chuẩn nhôm và đo nồng độ nhôm trong mẫu trên thiết bị quang phổ hấp thụ nguyên tử tại bước sóng 309,3 nm, sử dụng ngọn lửa axetylen/nitơ oxit, các thông số làm việc tuân theo hướng dẫn của nhà sản xuất.

8 Biểu thị kết quả

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

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

trong đó

a là nồng độ của nhôm trong dung dịch mẫu, tính bằng miligam trên lít (mg/L);

- b* là nồng độ của nhôm 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).

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.

TCVN 13263-14:2021

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] TCVN 6657:2000, *Chất lượng nước – Xác định nhôm - Phương pháp đo phổ hấp thụ nguyên tử*
 - [2] TCVN 4403:2011, *Chất lượng đất – Phương pháp xác định độ chua trao đổi và nhôm trao đổi*
-