

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 13263-15:2021**

Xuất bản lần 1

**PHÂN BÓN – PHẦN 15: XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG NATRI  
TỔNG SỐ BẰNG PHƯƠNG PHÁP QUANG PHỔ  
PHÁT XẠ NGỌN LỬA**

*Fertilizers –*

*Part 15: Determination of total sodium content by flame-emission spectrometric method*

HÀ NỘI - 2021

## Lời nói đầu

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

*Fertilizers –*

*Part 15: Determination of total sodium content by flame-emission spectrometric method*

**1 Phạm vi áp dụng**

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định natri tổng số của các loại phân bón bằng phép đo phổ phát xạ 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**

Phân bón được phân hủy bằng hỗn hợp axit sulfuric và axit pecloric để chuyển hóa natri về dạng hòa tan. Xác định natri hòa tan trong dung dịch mẫu bằng phép đo quang phổ phát xạ ngọn lửa.

#### 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 sulfuric ( $H_2SO_4$ ) đậm đặc ( $d = 1,84$ ).**

**4.2 Axit pecloric ( $HClO_4$ ) đậm đặc ( $d = 1,67$ ).**

**4.3 Axit clohydric ( $HCl$ ) đậm đặc ( $d = 1,18$ ).**

**4.4 Xesi clorua ( $CsCl$ ) tinh thể.**

**4.5 Dung dịch axit clohydric 0,1 mol/L**

Lấy khoảng 8 mL axit clohydric đậm đặc (4.3) hòa tan với khoảng 300 mL nước trong bình định mức dung tích 1000 mL. Thêm nước đến vạch mức và lắc đều.

**4.6 Dung dịch xesi clorua 25 g/L**

Hòa tan 25 g xesi clorua tinh thể (4.4) trong 50 mL axit clohydric đậm đặc (4.3) và 450 mL nước trong bình định mức dung tích 1000 mL. Thêm nước đến vạch mức và lắc đều.

**4.7 Dung dịch chuẩn gốc natri 1000 mg/L.**

**4.8 Dung dịch chuẩn natri 100 mg/L**

Dùng pipet (5.7) hút 25 mL dung dịch chuẩn gốc natri 1000 mg/L (4.7) cho vào bình định mức dung tích 250 mL, thêm dung dịch axit clohydric 0,1 mol/L (4.5) tới vạch mức, lắc đều, thu được dung dịch chuẩn natri 100 mg/L. Dung dịch được bảo quản trong bình polyetylen.

**4.9 Dãy dung dịch chuẩn natri nồng độ từ 0 mg/L đến 10 mg/L**

Sử dụng bảy bình định mức dung tích 100 mL, dùng pipet (5.7) hút chính xác lần lượt theo thứ tự số mililit dung dịch chuẩn natri 100 mg/L (4.8), cho vào mỗi bình, 10 mL dung dịch xesi clorua 25 g/L (4.6) và dung dịch axit clohydric 1 mol/L (4.5) vừa đủ 100 mL thu được dãy dung dịch chuẩn natri theo Bảng 1.

Bảng 1 – Dãy dung dịch chuẩn natri nồng độ từ 0 mg/L đến 10 mg/L

Số hiệu bình	S0	S1	S2	S3	S4	S5	S6
Thể tích dung dịch chuẩn natri 100 mg/L lấy vào mỗi bình (mL)	0	1,0	2,0	4,0	6,0	8,0	10,0
Thể tích dung dịch xesi clorua 25 g/L thêm vào mỗi bình (mL)	10	10	10	10	10	10	10
Thể tích dung dịch axit clohydric 0,1 mol/L thêm đến vạch mức (mL)	90	89	88	86	84	82	80
Nồng độ dung dịch chuẩn natri (mg/L)	0,0	1,0	2,0	4,0	6,0	8,0	10,0

CHÚ THÍCH: Dung dịch chuẩn natri (Bảng 1) được chuyển sang bình polyetylen và 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 Thiết bị quang kế ngọn lửa hoặc thiết bị quang phổ hấp thụ nguyên tử có chế độ đo phổ phát xạ ngọn lửa.
- 5.2 Cân phân tích, độ chính xác 0,0001 g.
- 5.3 Bình phân hủy mẫu.
- 5.4 Bếp phân hủy mẫu, điều chỉnh được nhiệt độ.
- 5.5 Rây, đường kính lỗ 1 mm.
- 5.6 Giấy lọc, Whatman số 1 hoặc tương đương.
- 5.7 Pipet, dung tích 1,0; 2,0; 5,0; 10 mL có vạch chia đến 0,1 mL.
- 5.8 Nắp kính đồng hồ.
- 5.9 Bình định mức, dung tích 50; 100; 250; 1000 mL.

CHÚ THÍCH: Cần phải làm sạch dụng cụ thủy tinh và dụng cụ polyetylen bằng cách ngâm trong dung dịch axit nitric 10 % (theo thể tích), sau đó tráng kỹ bằng nước.

## 6 Chuẩn bị mẫu

### 6.1 Lấy mẫu

Mẫu được lấy theo TCVN 9486:2018.

## TCVN 13263-15:2021

### 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 0,5 g đến 2 g mẫu ( $m$ ) đã được chuẩn bị (6.2.1 và 6.2.2.2), chính xác đến 0,0001 g. Đối với mẫu dạng lỏng (6.2.2.1), dùng pipet (5.7) hút 2 mL đến 3 mL dung dịch mẫu và cân chính xác đến 0,0001 g để xác định khối lượng ( $m$ ), cho vào bình phân hủy mẫu (không để mẫu dính ở cổ và thành bình).

7.1.2 Thêm 30 mL dung dịch axit sulfuric đậm đặc (4.1) và 0,5 mL dung dịch axit pecloric đậm đặc (4.2) để qua đêm hoặc ngâm ít nhất vài giờ.

7.1.3 Đun nóng nhẹ trên bếp phân hủy mẫu (5.4) ở 120 °C, sôi nhẹ trong khoảng 120 min.

7.1.4 Để nguội, thêm vài giọt dung dịch axit pecloric đậm đặc (4.2).

7.1.5 Tăng nhiệt độ lên 200 °C và duy trì nhiệt độ đó trong khoảng 60 min đến khi trong bình xuất hiện khói trắng đậm đặc, dung dịch mẫu trắng trong. Nếu dung dịch chưa trắng trong, tiếp tục để nguội, thêm vài giọt dung dịch axit pecloric đậm đặc (4.2) rồi tăng dần nhiệt độ lên 200 °C khoảng 60 min, đến khi dung dịch mẫu trắng trong là được (có thể phải lặp lại hai ba lần với axit pecloric).

7.1.6 Chuyển vào bình định mức dung tích 250 mL ( $V$ ), định mức tới vạch bằng dung dịch axit clohydric 0,1 mol/L lắc đều, để lắng hoặc lọc qua phễu lọc khô bằng giấy lọc (5.6), thu được dung dịch (A) dùng xác định natri.

### 7.2 Chuẩn bị mẫu thử

Pha loãng một phần dịch "A" để thu được nồng độ natri phù hợp với dãy dung dịch chuẩn (4.9). Để xác định natri, cần thêm dung dịch xesi clorua 25 g/L (4.6) vào dung dịch trước khi đo với tỷ lệ về thể tích là 9:1 ( $V_{\text{mẫu thử}}:V_{\text{CsCl}}$ ). Ghi lại hệ số pha loãng ( $k$ ).

### 7.3 Chuẩn bị mẫu trắng

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

#### 7.4 Xác định hàm lượng natri bằng phép đo quang phổ phát xạ ngọn lửa

Kiểm tra các thông số của thiết bị quang kế ngọn lửa hoặc thiết bị quang phổ hấp thụ nguyên tử có chế độ đo phổ phát xạ ngọn lửa theo hướng dẫn của nhà sản xuất. Khởi động thiết bị trước khi đo ít nhất 15 min cho thiết bị ổn định.

Xây dựng đường chuẩn natri: Đo độ phát xạ quang của dãy dung dịch chuẩn natri (Bảng 1) để xây dựng đường chuẩn natri trên thiết bị quang kế ngọn lửa hoặc thiết bị quang phổ hấp thụ nguyên tử có chế độ đo phổ phát xạ ngọn lửa tại bước sóng 589,3 nm.

Tiến hành đo dung dịch mẫu thử, dung dịch mẫu trắng đồng nhất với điều kiện đo dung dịch chuẩn. Đo khoảng 10 mẫu phải kiểm tra lại thang chuẩn, nếu sai lệch phải hiệu chỉnh thiết bị, lập lại đường chuẩn và đo lại mẫu.

Căn cứ vào số đo trên thiết bị, hệ số pha loãng và đồ thị đường chuẩn (hoặc phương trình tương đương) tính ra nồng độ natri trong dung dịch A, suy ra hàm lượng natri trong mẫu.

### 8 Biểu thị kết quả

Hàm lượng natri tổng số (X) trong mẫu phân bón, tính bằng phần trăm khối lượng, được tính theo công thức sau.

$$X(\%) = \frac{(a - b) \times k \times V}{m \times 10^4}$$

trong đó

- a* là nồng độ của natri trong dung dịch mẫu, tính bằng miligam trên lit (mg/L);
- b* là nồng độ của natri trong dung dịch mẫu trắng, tính bằng miligam trên lit (mg/L);
- k* là hệ số pha loãng;
- V* là thể tích dung dịch A của mẫu (hoặc mẫu trắng) sau khi phân hủy, tính bằng mililit (mL);
- m* là khối lượng mẫu cân tính bằng gam (g);
- $10^4$  là hệ số chuyển đổi từ mg/kg sang %.

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 phải có ít nhất các thông tin sau.

**TCVN 13263-15:2021**

- 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] TCVN 8562:2010, *Phân bón – Phương pháp xác định kali tổng số*
  - [2] *Official Journal of the European Union 2003 – Method 8.10 – Determination of the sodium extracted (Tạp chí chính thức của Liên minh châu Âu 2003 – Phương pháp 8.10 – Xác định natri chiết xuất)*
-