

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 12597:2018

Xuất bản lần 1

**PHÂN BÓN – XÁC ĐỊNH ĐỘ ẨM BẰNG
PHƯƠNG PHÁP KARL FISCHER**

Fertilizers – Determination of moisture by karl fischer method

HÀ NỘI - 2018

Lời nói đầu

TCVN 12597:2018 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.

Phân bón - Xác định độ ẩm bằng phương pháp Karl Fischer

Fertilizers - Determination of moisture by Karl Fischer method

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này áp dụng cho các loại phân khoáng rắn, đặc biệt các loại phân bón kém bền nhiệt mà trong thành phần có chứa nitơ và không áp dụng cho các loại phân bón ngâm nước.

2 Tài liệu viện dẫn

Tài liệu viện dẫn sau đây là rất cần thiết khi áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng bản được nêu. Đối với tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các bản sửa đổi, bổ sung (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 nước từ phân bón bằng dung môi 2-propanol, tách dung dịch trong và chuẩn độ bằng thuốc thử Karl Fischer. Trước đó thuốc thử Karl Fischer đã được chuẩn độ với khối lượng nước đã biết.

4 Hóa chất và 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)

TCVN 12597:2018

4.1 Dung môi 2-propanol, (C_3H_7OH) chứa hàm lượng H_2O nhỏ hơn 250 mg/L.

4.2 Thuốc thử Karl Fisher, loại 1 mg $H_2O/1$ mL đến 5 mg $H_2O/1$ mL thuốc thử.

4.3 Natri tartrat ($Na_2C_4H_4O_6 \cdot 2H_2O$), tinh thể

4.4 Hiệu chuẩn thuốc thử Karl Fischer

Chuẩn độ một lượng nước đã biết hoặc một lượng natri tartrat (4.3) được cân chính xác đến 0,0001 g theo hướng dẫn sử dụng cho chất chuẩn độ.

CHÚ THÍCH 1: Tần suất hiệu chuẩn phải được điều chỉnh theo tần suất phân tích (nên hiệu chuẩn trước khi phân tích).

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, độ chính xác 0,0001 g.

5.2 Máy ly tâm, có khả năng duy trì tốc độ 3500 r/min.

5.3 Ống ly tâm, đường kính 4,5 cm; cao 10 cm có nắp đậy.

5.4 Máy khuấy, loại tuabin có tốc độ quay tối thiểu 9500 r/min

5.5 Thiết bị chuẩn độ Karl Fischer.

6 Cách tiến hành

6.1 Lấy mẫu

Lấy mẫu theo TCVN 9486:2018.

6.2 Chuẩn bị mẫu

Cân chính xác đến 0,0001 g mẫu thử theo Bảng 1 cho trực tiếp vào ống ly tâm (5.3) đã được sấy khô.

Bảng 1 – Khối lượng mẫu

Hàm lượng nước dự kiến (% theo khối lượng)	Khối lượng mẫu (g)	
	Thuốc thử Karl fischer 5 mg H ₂ O/mL	Thuốc thử Karl fischer 2 mg H ₂ O/mL
< 5	5 g	5 g
5 đến 20	1 g	1 g
> 20 đến 50	1 g	---

6.3 Chiết mẫu

Thêm 25 mL dung môi 2-propanol (4.1) vào phần mẫu thử trong ống ly tâm (6.2). Lắp máy khuấy (5.4) đảm bảo khoảng cách từ bất kỳ phần nào của thanh khuấy đến bề mặt bên trong của ống ly tâm phải lớn hơn kích thước hạt phân bón.

Đặt thanh khuấy gần bề mặt của lớp phân bón, khuấy phân tán trong 60 s ở nhiệt độ phòng với tốc độ tối thiểu 9500 r/min.

Đảm bảo nhiệt độ trong quá trình khuấy – chiết không vượt quá 40 °C, trong trường hợp phân bón chứa MgSO₄ là 25 °C.

CHÚ THÍCH 2: Lặp lại quá trình khuấy phân tán trong 60 s nữa nếu phân bón chưa được phân tán hoàn toàn trong lần đầu.

Tháo thiết bị khuấy khỏi ống ly tâm và đẩy ống bằng nắp cao su. Ly tâm ống trong 5 min với tốc độ 3500 r/min. Lặp lại quá trình ly tâm thêm 5 min nữa nếu chất lỏng phía trên không phân lớp rõ ràng.

6.4 Chuẩn độ mẫu

6.4.1 Lắp đặt và kiểm tra thiết bị Karl Fischer

Thực hiện theo hướng dẫn sử dụng máy của nhà sản xuất.

6.4.2 Chuẩn độ mẫu

Hút 5 mL dung môi 2-propanol (4.1) vào cốc phản ứng của thiết bị Karl Fischer. Khuấy và chuẩn độ bằng thuốc thử Karl Fischer (4.2) theo hướng dẫn của máy cho đến khi đạt điểm tương đương. Zero giá trị đọc.

Lấy 5 mL chất lỏng trong ống ly tâm (6.3) vào cốc phản ứng của thiết bị Karl Fischer. Khuấy và chuẩn độ bằng thuốc thử Karl Fischer (4.2) theo hướng dẫn của máy cho đến khi đạt điểm tương đương, ghi lại khối lượng nước (m_a) được chỉ định bằng chất chuẩn.

Tiến hành chuẩn độ mẫu trắng tương tự như đối với mẫu thử. Ghi lại khối lượng nước (m_b).

7 Biểu thị kết quả

Hàm lượng nước trong mẫu phân bón (%w_{KF}) theo phần trăm khối lượng, được tính theo công thức

$$\%w_{KF} = \frac{5(m_s - m_b)}{m} \times 100$$

trong đó

- m là khối lượng mẫu cân, tính bằng gam (g);
- m_s là khối lượng nước được ghi trong quá trình chuẩn độ mẫu thử, tính bằng gam (g);
- m_b là khối lượng nước được ghi trong quá trình chuẩn độ mẫu trắng, 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 các lần thử không được vượt quá giá trị (r): $r = 0,033 + 0,049w_{KF}$

8 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm bao gồm ít nhất 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] BS EN 13466 -2:2001 *Fertilizers – Determination of water content (Karl fischer methods)*
[Phân bón – Xác định hàm lượng nước (phương pháp Karl Fischer)]
-