

ĐẤT TRỒNG TRỌT		TCVN
Phương pháp xác định tổng số photpho		4052 — 85
Почва, Метод определения валового фосфора	Soil. Method for the determination of total phosphorus	Có hiệu lực từ 01.7.1986

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định tổng số photpho của đất trồng theo phương pháp so màu.

1. LẤY MẪU VÀ CHUẨN BỊ MẪU

Theo TCVN 4046 — 85. và TCVN 4047 — 85

2. DỤNG CỤ VÀ HÓA CHẤT

Cân phân tích có sai số không lớn hơn 0,001 g;

Cân kỹ thuật có sai số không lớn hơn 0,01 g;

Bình kenđan dung tích 100 ml;

Pipet thẳng 10 ml sai số không quá 0,1 ml;

Bình định mức 50; 100 ml sai số không quá 0,1 ml;

Bình định mức 1000 ml sai số không quá 0,5 ml;

Bếp điện có lưới amiăng;

Bình cách thủy;

Máy so màu;

H₂SO₄ đậm đặc, tinh khiết, khối lượng riêng 1,84 g/ml;

HClO₄ 70% tinh khiết;

Hydrazin sunfat tinh khiết;

Amôn molybđat tinh khiết;

KH₂PO₄ tinh khiết dùng cho phân tích;

Giấy Cônggô đỏ hoặc chỉ thi α hay β dinitro. Phenol.

3. NỘI DUNG CỦA PHƯƠNG PHÁP

Phương pháp dựa trên nguyên tắc công phá các dạng hợp chất photpho có trong đất bằng H₂SO₄ đậm đặc có thêm một số

giọt HClO_4 . Axit photphoric hòa tan được xác định bằng phương pháp so màu với màu xanh phức chất của photpho với molybden dùng hydrazin sunfat làm chất khử.

4. CHUẨN BỊ XÁC ĐỊNH

4.1. Chuẩn bị dãy màu tiêu chuẩn:

Cân chính xác 0,1917 KH_2PO_4 tinh khiết bằng cân phân tích có sai số không lớn hơn 0,001 g. Hòa tan với nước cất và lên thể tích đến vạch trong bình định mức 1l. Trộn đều và thu được dung dịch chuẩn gốc có nồng độ 0,1 mg P_2O_5 ml. Dung dịch này được dự trữ trong bình kín và tối.

Pha loãng 5 lần dung dịch chuẩn gốc thu được dung dịch tiêu chuẩn có nồng độ 0,02 mg P_2O_5 ml.

Chuẩn bị 16 bình định mức sạch có dung tích 50 ml, ghi số thứ tự từ 0 — 15. Lần lượt theo số thứ tự cho vào các bình số ml dung dịch tiêu chuẩn 0,02 mg P_2O_5 ml như sau:

Số thứ tự bình	0	1	2	3	4	5	6	7
Số mililit dung dịch	0	0,5	0,1	1,5	2,0	2,5	3,0	3,5
Hàm lượng $\text{P}_2\text{O}_5/50\text{ml}$	0	0,01	0,02	0,03	0,04	0,05	0,06	0,07

Tiếp theo

Số thứ tự bình	8	9	10	11	12	13	14	15
Số mililit dung dịch	4,0	4,5	5,0	5,5	6,0	6,5	7,0	7,5
Hàm lượng $\text{P}_2\text{O}_5/52\text{ml}$	0,08	0,09	0,10	0,11	0,12	0,13	0,14	0,15

Cho thêm vào mỗi bình 15 ml hỗn hợp hydrazin sunfatamôn molyphđat; thêm nước cất đến khoảng 45 ml rồi lắc đều. Nhúng bình vào nước đang sôi ($95^{\circ}\text{C} - 100^{\circ}\text{C}$) khoảng 10 phút. Lấy bình ra để nguội đến nhiệt độ trong phòng rồi lên thể tích bằng nước cất đến vạch - Lắc đều.

4.2. Chuẩn bị đồ thị tiêu chuẩn để so màu bằng máy.

Thành lập dãy màu tiêu chuẩn gồm các bình 0, 1, 3, 5, 7, 9, 11, 13, 15 chuẩn bị theo 4.1.

Dùng máy so màu với kính lọc màu đỏ đo mật độ quang của các dung dịch của dãy tiêu chuẩn.

Lập đồ thị: Trục hoành ghi hàm lượng P_2O_5 , trục tung ghi mật độ quang. Xác định tọa độ và vẽ đường chuẩn.

4.3. Chuẩn bị dãy ống màu tiêu chuẩn để so màu bằng mắt. Chuẩn bị 16 ống nghiệm sạch, khô có cùng đường kính, cùng độ dày và chất lượng thủy tinh, trong suốt. Đánh số thứ tự ống nghiệm từ 0 - 15. Theo thứ tự rót các dung dịch màu trong ống của dãy màu tiêu chuẩn đã chuẩn bị theo 4.1.

4.4. Chuẩn bị dung dịch amôn molyphđat - hydrazin sunfat khối lượng 20 g muối amôn molyphđat. Hòa tan và lên thể tích đến vạch trong bình định mức 1 lit bằng dung dịch H_2SO_4 10 N (dung dịch A).

- Cân bằng cân kỹ thuật có sai số không lớn hơn 0,01 g khối lượng 1,5 g muối hydrazin sunfat. Hòa tan và lên thể tích đến vạch trong bình định mức 1 lit bằng nước cất (dung dịch B).

- Lấy 25 ml dung dịch A cho vào bình định mức 100 ml, thêm khoảng 25 ml nước cất, 10 ml dung dịch B và dùng nước cất, lên thể tích đến vạch. Lắc đều. Dung dịch được chuẩn bị trước khi dùng.

- Chuẩn bị dung dịch H_2SO_4 10 N; 278 ml H_2SO_4 đậm đặc khối lượng riêng 1,84 g/ml pha ml pha từ từ vào nước cất và lên thể tích đến 1 l.

4.5. Chuẩn bị dung dịch Na_2SO_3 20% : Cân bằng cân kỹ thuật 20 g Na_2SO_3 hòa tan vào 80 ml nước.

5. TIẾN HÀNH XÁC ĐỊNH

5.1. Công phá đất: Cân chính xác bằng cân phân tích có sai số không lớn hơn 0,001 g một khối lượng đất 1 g đã được chuẩn bị theo TCVN 4047 - 85. Cho vào bình kenđan có dung tích 100 ml. Cho vài giọt nước thấm đều khối đất rồi cho tiếp 5 ml H_2SO_4 đậm đặc (khối lượng riêng 1,84g/ml). Để cho axit thấm đều vào đất rồi cho tiếp 5 - 6 giọt $HClO_4$ 70% lắc trộn đều rồi đun trên bếp điện cho đến khi đất có màu trắng và dung dịch trong.

Để nguội bình và cho vào bình khoảng 50 ml nước cất, lắc đều và lọc. Pha dung dịch vào bình định mức 100 ml. Rửa đất và bình công phá nhiều lần, mỗi lần với lượng nước không nhiều, lọc dung dịch cho vào bình định mức. Lên thể tích đến vạch và lắc đều dung dịch.

5.2. Tạo màu dung dịch: Dùng pipet hút 10ml dung dịch cho vào bình định mức 50 ml. Thêm 15 ml nước cất và cho 2 - 3 giọt α dinitro phenol hoặc β dinitro phenol. Thêm từ từ dung dịch Na_2SO_3 20% cho đến khi dung dịch chuyển màu vàng. Axit hóa bằng một vài giọt H_2SO_4 10N. Cho bình vào nước đang sôi ($95^\circ C - 100^\circ C$) khoảng 3 - 5 phút. Nếu dung dịch còn màu vàng hoặc đỏ của Fe^{3+} cần thêm dung dịch Na_2SO_3 để khử và lặp lại quá trình như trên.

Để nguội dung dịch, thêm 15 ml dung dịch amôn molyphđat hydrazin sunfat. Nhúng bình vào nước đang sôi ($95^\circ C - 100^\circ C$) trong 10 phút.

Sau đó lấy bình ra để nguội và lên thể tích đến vạch.

5.3. So màu:

5.3.1. So màu bằng máy: Tiến hành đo mật độ quang của dung dịch phân tích đúng như điều kiện đo ở dãy màu tiêu chuẩn. Dựa vào đồ thị tiêu chuẩn và mật độ quang đo được của dung dịch, xác định được hàm lượng P_2O_5 trong dung dịch xác định từ và đó tính phần trăm khối lượng P_2O_5 trong đất.

5.3.2. So màu bằng mắt: Chọn một ống nghiệm có đường kính, độ dày và chất lượng thủy tinh giống như các ống nghiệm của dãy màu tiêu chuẩn.

Rót dung dịch màu xác định vào ống nghiệm và so với cường độ màu của các ống trong dãy tiêu chuẩn. Cặp ống có cường độ màu bằng nhau sẽ có hàm lượng P_2O_5 như nhau.

6. TÍNH KẾT QUẢ

Tổng số P_2O_5 tính bằng phần trăm khối lượng đất khô tuyệt đối (P_2O_5) theo công thức:

$$P_2O_5 = \frac{a \cdot V \cdot 100 \cdot K}{b \cdot g \cdot 1000}$$

trong đó:

a: hàm lượng P_2O_5 trong thể tích dung dịch lấy xác định (mg);

b: thể tích dung dịch lấy phân tích (ml);

V: thể tích dung dịch ban đầu (ml);

g: khối lượng đất cần để phân tích (g);

100: hệ số tính phần trăm;

1000: hệ số đổi mg thành g.