

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 8660:2011

Xuất bản lần 1

**CHẤT LƯỢNG ĐẤT
PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH KALI TỔNG SỐ**

Soil quality – Method for determination of total potassium

HÀ NỘI – 2011

Lời nói đầu

TCVN 8660:2011 được chuyển đổi từ 10 TCN 371 – 99 thành Tiêu chuẩn Quốc gia theo quy định tại khoản 1 Điều 69 của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật và điểm a khoản 1 Điều 6 Nghị định số 127/2007/NĐ-CP ngày 1/8/2007 của Chính phủ quy định chi tiết thi hành một số điều của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật

TCVN 8660:2011 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.

Chất lượng đất – Phương pháp xác định kali tổng số

Soil quality – Method for determination of total potassium

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng kali tổng số trong các mẫu đất.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau đây là cần thiết để áp dụng tiêu chuẩn này. 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 sửa đổi, bổ sung (nếu có).

TCVN 7538-1 (ISO 10381-1), Chất lượng đất – Lấy mẫu – Phần 1: Hướng dẫn thiết kế chương trình lấy mẫu.

TCVN 6647(ISO 11464), Chất lượng đất – Xử lý sơ bộ đất để phân tích hóa lý.

3 Nguyên lý

Dùng hỗn hợp axit flohydric và axit pecloric để phá mẫu, chuyển các dạng kali trong đất về dạng hòa tan trong dung dịch. Xác định hàm lượng kali trong dung dịch bằng phương pháp quang phổ ngọn lửa hoặc quang phổ phát xạ.

4 Hóa chất và thuốc thử

4.1 Hóa chất

Khi phân tích, ngoại trừ trường hợp có những chỉ dẫn riêng, chỉ dùng các thuốc thử tinh khiết phân tích và nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

4.1.1 Axit pecloric (HClO_4) 70 %;

4.1.2 Axit flohydric (HF);

4.1.3 Axit clohydric (HCl) 37%

TCVN 8660:2011

4.2 Các dung dịch thuốc thử

4.2.1 Dung dịch axit clohydric 6 mol/l

Pha loãng 4,3 ml axit clohydric (4.1.3) vào bình định mức 100 ml và thêm nước đến 100 ml.

4.2.2 Dung dịch gốc kali 1000 mg/l có sẵn trên thị trường.

4.2.3 Dung dịch chuẩn kali 200 mg/l pha từ dung dịch gốc kali (4.2.2)

Dùng pipet lấy 20,0 ml dung dịch gốc kali (4.2.2) vào bình định mức dung tích 100 ml, thêm 1 ml axit nitric và thêm nước đến vạch mức. Lắc đều.

4.2.4 Thang chuẩn kali:

Chuẩn bị sáu bình định mức dung tích 100 ml có đánh số thứ tự từ 0 đến 5. Dùng pipet lần lượt hút dung dịch chuẩn kali (4.2.3) vào các bình theo thể tích ghi trong bảng sau và thêm nước đến vạch mức. Lắc đều.

Số thứ tự	0	1	2	3	4	5
Thể tích dung dịch chuẩn kali (4.2.3) (ml)	0	12,5	25	37,5	50	100
Nồng độ kali trong bình chuẩn (mg K/l)	0	25	50	75	100	200

5 Thiết bị và dụng cụ

Sử dụng các dụng cụ thông thường trong phòng thí nghiệm và các thiết bị, dụng cụ sau:

5.1 Cân phân tích có sai số không quá $\pm 0,0001$ g;

5.2 Chén bạch kim

5.3 Thiết bị phá mẫu

5.4 Máy quang phổ ngọn lửa hoặc máy quang phổ hấp thụ nguyên tử;

5.5 Bình tam giác dung tích 250 ml;

5.6 Bình định mức dung tích 50 ml, 1000 ml;

5.7 Phễu lọc có đường kính từ 5 cm đến 10 cm;

5.8 Pipet dung tích 1 ml, 2 ml, 5 ml, 10 ml;

5.9 Cốc chịu nhiệt dung tích 1000 ml.

5.10 Giấy lọc chậm.

6 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu

Lấy mẫu đất đại diện theo TCVN 7538 – 1 (ISO 10381 – 1).

Xử lý sơ bộ mẫu đất theo TCVN 6647 (ISO 11464).

7 Cách tiến hành

7.1 Phá mẫu đất bằng hỗn hợp axit flohydric và axit percloric

Cân bằng cân phân tích (5.1) khoảng 0,250 g mẫu đất đã nghiền mịn qua rây 0,2 mm với độ chính xác 0.0002 g và cẩn thận chuyển vào chén bạch kim (5.2), làm ẩm bằng một đến hai giọt nước. Thêm 10 ml dung dịch axit flohydric (4.1.2) và 1 ml dung dịch axit percloric (4.1.1). Đậy chén bạch kim và đun trên thiết bị phá mẫu (5.3) ở 200 °C cho đến khi chất lỏng được cô cạn. Tiếp tục như vậy nhiều lần cho đến khi trắng mẫu và dung dịch trong.

Có thể có một ít chất hữu cơ bám ở thành chén và nắp chưa bị oxi hóa triệt để. Cần oxi hóa hết bằng cách dùng dung dịch percloric (4.1.1) lõi cuộn xuống và tiếp tục phá mẫu.

Sau khi để nguội, cho thêm 5 ml dung dịch axit clohydric (4.2.1) và nước đến khoảng nửa chén. Dùng 5 ml nước rửa thành chén, nắp chén và gom dung dịch rửa vào chén.

Cho chén bạch kim lên trên thiết bị phá mẫu (5.3) và cẩn thận đun sôi trong khoảng 5 min. Nếu chưa hòa tan hết thì cần cô cạn dung dịch và phá mẫu lại từ đầu.

Khi mẫu đã hòa tan hoàn toàn thì chuyển phần dung dịch sang bình định mức dung tích 100 ml và thêm nước đến vạch mức.

Tiến hành đồng thời mẫu lập và mẫu trắng.

7.2 Đo nồng độ kali

Đo cường độ phát xạ của dãy chuẩn: trực hoành ghi nồng độ kali của các dung dịch chuẩn (mg/l) và trực tung ghi cường độ phát xạ tương ứng đo được của từng bình trong dãy dung dịch chuẩn. Xác định tọa độ từng mẫu chuẩn và vẽ đường chuẩn.

Đo cường độ phát xạ của dịch chiết mẫu đất trên máy quang kế ngọn lửa dùng kính lọc màu kali, hoặc đo trên hệ phát xạ (emission) của máy quang phổ hấp thụ nguyên tử tại bước sóng 766.5 nm.

Tiến hành tương tự đối với mẫu lập và mẫu trắng.

Căn cứ cường độ phát xạ đo được dịch chiết mẫu đất và dựa vào đường chuẩn suy ra nồng độ kali trong dịch chiết mẫu đất.

Từ nồng độ kali trong dịch chiết mẫu đất, tính lượng kali tổng số trong đất.

Ghi chú :

Khi dùng quang kế ngọn lửa, độ ổn định thấp của máy là yếu tố ảnh hưởng: vì máy không có hệ thống tự động chương trình hóa kiểm soát tốc độ dòng không khí và khí nhiên liệu, kính lọc màu có dải ánh sáng cho đi qua rộng (± 10 nm), cần liên tục kiểm tra độ ổn định của trị số cường độ phát xạ đo được. Ít nhất cứ sau 10 mẫu lại cần kiểm tra lại cường độ phát xạ đo được của thang chuẩn.

Khi dùng hệ phát xạ của máy quang phổ hấp thụ nguyên tử: độ nhạy quá cao của máy là yếu tố ảnh hưởng, cần chọn khe đo hẹp (0,2 nm), pha loãng mẫu và xoay đầu đốt ở mức độ thích hợp.

8 Tính kết quả

Hàm lượng kali tổng số trong đất, tính bằng phần trăm khối lượng K theo Công thức (1):

$$K(\%) = \frac{(a-b) \times V \times 100 \times k}{m \times 1000 \times 1000} = \frac{(a-b) \times V \times k}{m \times 10000} \quad (1)$$

Trong đó

- a là nồng độ K trong dung dịch xác định, tính bằng miligam trên lit (mg/l);
- b là nồng độ K trong dung dịch mẫu trắng, tính bằng miligam trên lit (mg/l);
- V là toàn bộ thể tích dung dịch phá mẫu, tính bằng mililit (ml);
- m là khối lượng mẫu, tính bằng gam (g);
- k là hệ số chuyển thành đất khô tuyệt đối;
- 100 là hệ số tính phần trăm;
- 1000 là hệ số chuyển thể tích từ mililit sang lit;
- 1000 là hệ số chuyển khối lượng miligam sang gam.

Hàm lượng K_2O (%) được tính theo công thức: $K_2O (\%) = K (\%) \times 1,205$

9 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm cần bao gồm những thông tin sau:

- a) Viện dẫn tiêu chuẩn này;
 - b) Nhận dạng đầy đủ mẫu;
 - c) Kết quả phép xác định kali tổng số;
 - d) Mọi chi tiết không quy định trong tiêu chuẩn này, hoặc là tự chọn, cũng như mọi yếu tố có thể ảnh hưởng đến kết quả thử nghiệm.
-