

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 8940:2011

Xuất bản lần 1

**CHẤT LƯỢNG ĐẤT –
XÁC ĐỊNH PHOSPHO TỔNG SỐ –
PHƯƠNG PHÁP SO MAU**

Soil quality – Determination of total phosphorus – Colorimetry method

HÀ NỘI – 2011

Lời nói đầu

TCVN 8940:2011 được chuyển đổi từ 10 TCN 373 – 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 8940:2011 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 – Xác định phospho tổng số – Phương pháp so màu

Soil quality – Determination of total phosphorus – Colorimetry method

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng phospho tổng số trong đất theo phương pháp so màu.

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

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

3 Nguyên lý

Sử dụng axit sunfuric và axit pecloric để phá mẫu và hòa tan các hợp chất phospho trong đất. Xác định hàm lượng phospho trong dung dịch bằng phương pháp đo màu.

4 Thiết bị và dụng cụ

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

4.1 Cân phân tích, có độ chính xác đến $\pm 0,0001$ g;

4.2 Cân kỹ thuật, có độ chính xác đến $\pm 0,01$ g;

4.3 Thiết bị phá mẫu;

4.4 Máy quang phổ;

TCVN 8940:2011

4.5 Tủ sấy;

4.6 pH - mét;

4.7 Bình nón: dung tích 100 ml, 250 ml;

4.8 Bình định mức: dung tích 50 ml, 100ml, 1000 ml;

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

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

4.11 Bình phá mẫu, dung tích 100 ml

5 Hóa chất và thuốc thử

5.1 Hóa chất

5.1.1 Nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

5.1.2 Axit sunfuric, (H_2SO_4 $\rho = 1,84g/ml$)

5.1.3 Axit pecloric, ($HClO_4$ 70%)

5.1.4 Axit nitric, (HNO_3)

5.1.5 Kali dihydro phosphat, (KH_2PO_4)

5.1.6 Natri thiosunfat, ($Na_2S_2O_3$)

5.1.7 Amoni molipdat, ($(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$)

5.1.8 Kali antimon tactrat, ($KSbOC_4H_4O$)

5.1.9 Axit ascorbic, ($C_6H_8O_6$)

5.1.10 Chỉ thị 2,4 dinitrophenol, ($C_6H_3OH(NO_2)_2$)

5.1.11 Amoni hydroxyt, (NH_4OH)

5.2 Các dung dịch, thuốc thử

5.2.1 Dung dịch axit sunfuric (H_2SO_4) 2 mol/l

Thêm từ từ 112 ml axit sunfuric (5.1.2) vào khoảng 600 ml nước cất. Sau khi để nguội, định mức 1000 ml bằng nước.

5.2.2 Chỉ thị 2,4 dinitrophenol, ($C_6H_3OH(NO_2)_2$) 1%

Cân 1 g 2,4 dinitrophenol (5.1.10) hòa tan trong 100 ml nước cất.

5.2.3 Dung dịch amoni hydroxyt 10%

Hòa tan 422 ml amoni hydroxyt (5.1.11) vào trong 500 ml nước cất và định mức 1000 ml

5.2.4 Dung dịch axit sunfuric (H_2SO_4) 10%

Thêm từ từ 60,6 ml axit sunfuric (5.1.2) vào khoảng 100 ml nước cất. Sau khi để nguội, định mức 1000 ml bằng nước cất.

5.2.5 Dung dịch axit sunfuric (H_2SO_4) 0,05 mol/l

Thêm từ từ 2,8 ml axit sunfuric (5.1.1) vào khoảng 100 ml nước cất. Sau khi để nguội, định mức 1000 ml bằng nước cất.

5.2.6 Hỗn hợp khử tạo màu

5.2.6.1 Dung dịch amon molipdat 1,25 % trong dung dịch axit sunfuric 2,5 mol/l (dung dịch 1)

Hòa tan 12,5 g amoni- molipdat (5.1.7) trong 200 ml nước cất nóng 60 °C. Để nguội và lọc nếu đục (dung dịch A).

Hòa tan từ từ 140 ml axit sunfuric (5.1.2) vào 500 ml nước cất. Để nguội thu được (dung dịch B).

Rót từ từ dung dịch B vào dung dịch A và thêm nước cất cho vừa đủ 1 lit. Lắc trộn đều. Bảo quản dung dịch trong lọ thủy tinh màu.

5.2.6.2 Dung dịch kali antimon tactrat 0,06 % (dung dịch 2)

Hòa tan 60 mg kali antimon tactrat (5.1.8) trong nước cất và thêm nước cất đến 100 ml.

5.2.6.3 Dung dịch axit ascorbic 2 % (Dung dịch 3)

Hòa tan 2 g axit ascorbic (5.1.9) trong nước cất và thêm nước cất đến 100 ml. Dung dịch được chuẩn bị dùng trong ngày.

Dung dịch hỗn hợp:

Trộn ba dung dịch (dung dịch 1), (dung dịch 2), (dung dịch 3) theo thể tích với tỷ lệ 2:1:1. Dung dịch này được chuẩn bị ngay trước khi dùng.

5.2.7 Dung dịch chuẩn phospho (P)

Cân chính xác 0,2195 g kali dihydro phosphat (5.1.5) (đã sấy khô trong tủ sấy ở 40 °C), hòa tan vào 500 ml nước cất, sau đó thêm 25 ml dung dịch axit sunfuric (5.2.1) và thêm nước cất đến vạch định mức 1000 ml. Trộn đều dung dịch thu được dung dịch tiêu chuẩn có nồng độ P là 50 mg/l.

6 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu

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

TCVN 8940:2011

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

7 Cách tiến hành

7.1 Phá mẫu

7.1.1 Cân chính xác 1,0 g mẫu đất trên cân phân tích (4.1), cho vào bình phá mẫu (4.11).

7.1.2 Cho 10 ml axit sunfuric (5.1.2) và 3 ml axit pecloric (5.1.3) . Đun nhẹ (không sôi) cho đến khi hết màu đen của chất hữu cơ.

7.1.3 Đun sôi trong 20 min.

7.1.4 Nếu mẫu nhiều chất hữu cơ cho thêm 5 ml axit nitric (5.1.4) và đun cho oxi hóa hết chất hữu cơ.

7.1.5 Thêm 5 giọt axit pecloric (5.1.3) và tiếp tục đun tới trắng mẫu.

7.1.6 Để nguội và sau đó chuyển qua bình định mức 100 ml (4.8) và thêm nước cất đến vạch định mức. Lắc trộn đều, để lắng hoặc lọc.

7.1.7 Tiến hành mẫu lặp và mẫu trắng không có đất, các bước tiến hành như với mẫu thử.

7.2 Xây dựng đường chuẩn

Chuẩn bị 7 bình định mức 50 ml. Lần lượt cho vào bình định mức theo thứ tự các thể tích dung dịch chuẩn phospho (5.2.7) theo bảng sau và thêm dung dịch axit sunfuric (5.2.5) cho đến vạch mức.

Số thứ tự bình chuẩn	0	1	2	3	4	5	6
Số ml dung dịch P tiêu chuẩn 50 mg/l	0	2,5	5,0	10,0	15,0	20,0	25,0
Nồng độ mg P (mg/l)	0	2,5	5,0	10,0	15,0	20,0	25,0

7.3 Yếu tố cản trở

Trường hợp mẫu đất chứa hàm lượng sắt di động cao có thể gây ảnh hưởng đến kết quả xác định phospho tổng số. Để khắc phục ảnh hưởng của sắt, nên dùng natri thiosunfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) để khử sắt, sau đó điều chỉnh môi trường dung dịch về khoảng pH 4,8 (dùng giấy công gô đỏ làm chỉ thị), trước khi tiến hành tạo màu.

7.4 Tạo màu

- Dùng pipet lấy 2 ml các dung dịch chuẩn (7.2), các dung dịch mẫu trắng và các dung dịch mẫu xác định cho vào các bình định mức 50 ml.
- Thêm khoảng 30 ml nước và vài giọt chỉ thị 2,4 dinitrophenol 1 % (5.2.2).

- Điều chỉnh môi trường dung dịch: trung hòa axit dư bằng từng giọt amoni hydroxyt (5.2.3) cho đến khi dung dịch chuyển màu vàng, sau đó axit hóa bằng vài giọt axit sunfuric (5.2.4) cho hết màu vàng.
- Thêm từ từ 8 ml hỗn hợp tạo màu (5.2.6), thêm nước cất đến vạch 50 ml. Lắc đều dung dịch.

7.5 Đo màu

Sau khi cho hỗn hợp khử khoảng 20 min, đo mật độ quang của dung dịch trên máy quang phổ (4.4) tại bước sóng 882 nm hoặc 720 nm. Màu bền trong 24 giờ ở 20 °C

8 Tính toán kết quả

- Lập đồ thị tương quan giữa mật độ quang đo được với nồng độ phospho trong các bình tiêu chuẩn (đường chuẩn)
- Căn cứ mật độ quang đo được của từng dung dịch mẫu và dựa vào đường chuẩn suy ra nồng độ P trong dung dịch mẫu.

Từ nồng độ P trong dung dịch của từng mẫu, tính lượng % P trong đất theo Công thức (1):

$$(\%)P = \frac{(a-b) \times V \times 100 \times k}{m \times 1000 \times 1000} = \frac{(a-b) \times V \times k}{m \times 10^4} \quad (1)$$

Trong đó

- a* là hàm lượng P trong dung dịch xác định, tính bằng miligam trên lit (mg/l);
- b* là hàm lượng P trong dung dịch mẫu trắng, tính bằng miligam trên lit (mg/l);
- V* là thể tích dung dịch lấy để tạo màu, tính bằng mililit (ml);
- m* là khối lượng mẫu cân tính bằng gam (g);
- k* là hệ số khô kiệt của mẫu.

Hàm lượng (%) P₂O₅ được chuyển đổi theo Công thức (2):

$$(\%) P_2O_5 = (\% P) \times 2,31 \quad (2)$$

9 Báo cáo thử nghiệm

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

- Viện dẫn tiêu chuẩn này;
- Đặc điểm nhận dạng mẫu;
- Kết quả phép xác định hàm lượng các bon hữu cơ tổng số;

TCVN 8940:2011

- 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.
-