

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 8886:2011

ISO 14254:2001

Xuất bản lần 1

**CHẤT LƯỢNG ĐẤT – XÁC ĐỊNH ĐỘ CHUA TRAO ĐỔI
TRONG PHẦN CHIẾT BARI CLORUA**

Soil quality –

Determination of exchangeable acidity in barium chloride extracts

HÀ NỘI – 2011

Lời nói đầu

TCVN 8886:2011 hoàn toàn tương đương với ISO 14254:2001.

TCVN 8886:2011 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC 190 *Chất lượng đất* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Chất lượng đất – Xác định độ chua trao đổi trong phần chiết bari clorua

Soil quality – Determination of exchangeable acidity in barium chloride extracts

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định độ chua trao đổi trong phần chiết mẫu đất bằng bari clorua thu được theo TCVN 6646 (ISO 11260).

Qui trình này chủ yếu đề cập đến phương pháp xác định độ chua trao đổi tổng số bằng chuẩn độ điểm cuối pH cố định (xem chú thích). Tiêu chuẩn này đưa ra hai qui trình lựa chọn là xác định độ chua của H^+ tự do và độ chua của nhôm trong dịch chiết.

Tiêu chuẩn này có thể áp dụng với tất cả các loại mẫu đất được làm khô trong không khí đã xử lý sơ bộ theo TCVN 6647 (ISO 11464).

CHÚ THÍCH: Chuẩn độ độ chua trao đổi bằng phương pháp chuẩn độ điểm cuối pH cố định có thể không đặc trưng cho loại axit đưa ra. Giá trị pH điểm cuối duy trì tại 7,8 tương đương với sự kết tủa hoàn toàn ion Al^3+ trong dung dịch tổng hợp. Chuẩn độ dịch chiết đất đến pH này cũng có thể áp dụng cho một số các ion hóa yếu hoặc các hợp chất axit hữu cơ yếu.

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 phiên 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 4851 (ISO 3696), *Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử.*

TCVN 6646 (ISO 11260), *Chất lượng đất. Xác định khả năng trao đổi cation thực tế và độ bão hoà bazơ bằng cách sử dụng dung dịch bari clorua*

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

TCVN 5963 (ISO 11465), *Chất lượng đất – Xác định chất khô và hàm lượng nước trên cơ sở khối lượng*

TCVN 8886:2011

3 Nguyên tắc

Mẫu đất được chiết theo TCVN 6646 (ISO 11260). Dịch chiết $0,1 \text{ mol.L}^{-1}$ được chuẩn độ bằng dung dịch NaOH $0,05 \text{ mol.L}^{-1}$ tới pH = 7,8. Sử dụng phenolphthalein làm chỉ thị, nhưng phải qui định trong báo cáo thử.

Phương pháp khác để xác định độ chua H^+ tự do được đề xuất, trong đó natri florua được thêm vào dịch chiết đất trước khi chuẩn độ (BaF_2 kết tủa nhưng NaF dư là không cần thiết). Các ion nhôm tạo phức và chỉ có độ chua H^+ được phát hiện trong quá trình chuẩn độ.

Đề xuất hai phương pháp quang khác để xác định nhôm, sử dụng phương pháp phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa và phổ phát xạ plasma cặp cảm ứng.

4 Thuốc thử

Chỉ sử dụng những thuốc thử cấp phân tích được công nhận và nước cất hoặc nước đã loại ion để chuẩn bị tất cả các dung dịch. Các thuốc thử này phải được bảo quản trong các chai nhựa phù hợp.

4.1 Nước có độ dẫn điện không lớn hơn $0,2 \text{ mS.m}^{-1}$ ở 25°C [nước loại 2 theo TCVN 4851 (ISO 3696)].

4.2 Dinatri tetraborat ngậm mười phân tử nước (borat), $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ (khối lượng nguyên tử = 381,5) với độ tinh khiết > 99,5 %, và phải được bảo quản trong chai có nắp vặn kín.

4.3 Dung dịch đệm để hiệu chuẩn pH-met

4.3.1 Dung dịch đệm pH = 4,00 (20°C): Hòa tan $10,21 \text{ g} \pm 0,01 \text{ g}$ kali hydro phtalat, $\text{C}_8\text{H}_5\text{KO}_4$, trong nước (4.1) và pha loãng đến 1 000 mL.

4.3.2 Dung dịch đệm pH = 7,00 (20°C): Hòa tan $3,800 \text{ g} \pm 0,005 \text{ g}$ kali dihydro phosphat, KH_2PO_4 , và $3,415 \text{ g} \pm 0,005 \text{ g}$ dinatri hydro phosphat, Na_2HPO_4 , trong nước (4.1) và pha loãng đến 1 000 mL.

4.3.3 Dung dịch đệm pH = 9,22 (20°C): Hòa tan $3,800 \text{ g} \pm 0,005 \text{ g}$ dinatri tetraborat decahydrat, $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$, trong nước (4.1) và pha loãng đến 1 000 mL.

Có thể sử dụng dung dịch đệm thương mại theo hướng dẫn của nhà sản xuất.

4.4 Chất chỉ thị (tùy chọn)

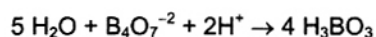
4.4.1 Metyl cam (màu thay đổi từ pH = 3,0 đến pH = 4,4): $0,100 \text{ g} \pm 0,005 \text{ g}$ trong 100 mL nước.

4.4.2 Metyl đỏ (màu thay đổi từ pH = 4,2 đến pH = 6,2): $0,200 \text{ g} \pm 0,005 \text{ g}$ trong 100 mL etanol.

4.4.3 Phenolphthalein (màu thay đổi từ pH = 8,2 đến pH = 10,00): $1,00 \text{ g} \pm 0,01 \text{ g}$ trong 100 mL etanol.

4.5 Axit clohydric, $c(\text{HCl}) = 1 \text{ mol.L}^{-1}$.

Pha loãng 83 mL axit hydrochloric đậm đặc ($d = 1,19 \text{ g} \cdot \text{mL}^{-1} \sim 12 \text{ mol.L}^{-1}$) trong nước và pha loãng đến 1000 mL. Dung dịch này phải được chuẩn hóa bằng borat (4.2) theo phản ứng sau:



Khối lượng của borat khoảng 1,928 g được hòa tan trong khoảng 100 mL nước (4.1) (đun nóng nhẹ để tăng khả năng hòa tan) sẽ cần 10 mL dung dịch axit clohydric chứa chính xác 1 mol.L^{-1} để trung hòa.

Cần xem xét điểm cuối tại pH = 5, hoặc dùng metyl đỏ làm chỉ thị. Nồng độ của dung dịch này phải được kiểm tra ít nhất là hàng tháng.

Có thể sử dụng dung dịch chuẩn thương mại theo hướng dẫn của nhà sản xuất.

4.6 Dung dịch natri hydroxit, $c(\text{NaOH}) = (1,000 \pm 0,025) \text{ mol.L}^{-1}$

Hòa tan $40,0 \text{ g} \pm 0,5 \text{ g}$ natri hydroxit không chứa cacbonat trong nước (4.1) và pha loãng đến 1 000 mL. Dung dịch này phải được chuẩn hóa bằng chuẩn độ dùng dung dịch axit clohydric (4.5) (điểm cuối: pH = 3,5 hoặc sử dụng metyl cam làm chỉ thị).

Nồng độ của dung dịch này phải được kiểm tra ít nhất là hằng tuần và phải nằm trong khoảng từ $0,975 \text{ mol.L}^{-1}$ đến $1,025 \text{ mol.L}^{-1}$.

Dung dịch này có thể hấp thụ cacbon dioxide từ khí quyển theo thời gian. Cacbonat có trong dung dịch có thể được phát hiện bằng cách tiến hành chuẩn độ khác như đã mô tả ở trên nhưng tại pH = 8,5 thay cho pH = 3,5 (hoặc dùng phenolphthalein làm chỉ thị thay cho metyl cam). Khi quan sát thấy thể tích khác nhau giữa hai điểm cuối, thì phải chuẩn bị lại dung dịch (4.6).

Có thể sử dụng dung dịch đệm thương mại theo hướng dẫn của nhà sản xuất.

4.7 Dung dịch natri hydroxit, $c(\text{NaOH}) = 50 \times 10^{-3} \text{ mol.L}^{-1} \pm 1,25 \times 10^{-3} \text{ mol.L}^{-1}$.

Dùng pipet lấy 50 mL dung dịch (4.6) vào bình định mức dung tích 1 000 mL và thêm nước (4.1) tới vạch mức. Bảo quản trong chai có phủ hỗn hợp soda, thay mới dung dịch thường xuyên để bẫy CO_2 . Dung dịch này phải được chuẩn bị hàng ngày.

4.8 Dung dịch natri florua, $c(\text{NaF}) = 1 \text{ mol.L}^{-1}$.

Hòa tan $42,0 \text{ g} \pm 0,2 \text{ g}$ natri florua trong nước (4.1) và pha loãng tới khoảng 900 mL. Điều chỉnh pH tới 7,0 bằng axit clohydric (4.5) và thêm nước (4.1) tới vạch mức.

4.9 Bari clorua ngậm hai phân tử nước, $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

TCVN 8886:2011

4.10 Dung dịch gốc nhôm, 1,000 g.L⁻¹

Hòa tan 1,000 g ± 0,001 g nhôm kim loại (độ tinh khiết > 99,9 %) vào 20 mL axit clohydric đậm đặc ($d = 1,19 \text{ g.mL}^{-1}$) và pha loãng đến 1000 mL bằng nước (4.1). Dung dịch chuẩn pha sẵn/thương mại có thể được sử dụng theo hướng dẫn của nhà sản xuất.

4.11 Dung dịch nhôm làm việc, 0,100 g.L⁻¹

Chuyển 10 mL dung dịch gốc nhôm (4.10) vào bình định mức dung tích 100 mL và điều chỉnh tới vạch mức bằng nước (4.1).

4.12 Dung dịch bari clorua, $c(\text{BaCl}_2) = 0,5 \text{ mol.L}^{-1}$

Hòa tan 12,21 g ± 0,01 g bari clorua (4.9) với khoảng 60 mL nước (4.1). Chuyển dung dịch vào bình định mức 100 mL và điều chỉnh tới vạch mức bằng nước (4.1).

4.13 Dung dịch hiệu chuẩn

Chuyển theo thứ tự 5 mL, 10 mL và 20 mL phần dung dịch làm việc (4.11) vào các bình định mức 100 mL, pha loãng với khoảng 20 mL nước (4.1) và thêm 20 mL dung dịch bari clorua (4.12). Cuối cùng điều chỉnh thể tích bằng nước (4.1). Dung dịch thứ tư được chuẩn bị theo đúng qui trình như trên nhưng không có nhôm làm dung dịch hiệu chuẩn trắng.

5 Thiết bị, dụng cụ

5.1 Thiết bị, dụng cụ thủy tinh trong phòng thí nghiệm thông thường, kể cả buret có vạch chia khoảng 0,05 mL hoặc thấp hơn.

5.2 pH-met

Lắp đặt theo hướng dẫn của nhà sản xuất và hiệu chuẩn với các dung dịch đệm (4.3).

5.3 Khuấy từ

5.4 Máy chuẩn độ tự động (tùy chọn)

Lắp đặt theo hướng dẫn của nhà sản xuất và hiệu chuẩn bằng dung dịch đệm (4.3). Kết quả phải thể hiện tương ứng với điểm cuối của $\text{pH} = 7,8$.

5.5 Máy đo phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa

Thiết bị với đầu đốt acetylen/oxit nitơ và lắp đặt theo hướng dẫn của nhà sản xuất. Xác định nhôm thường tiến hành tại bước sóng 396,2 nm.

5.6 Máy đo phổ plasma cặp cảm ứng

Lắp đặt theo hướng dẫn của nhà sản xuất. Xác định nhôm thường tiến hành bằng hiệu chỉnh nền ở các bước sóng khác nhau như 309,28 nm hoặc 396,15 nm.

6 Lấy mẫu

6.1 Dịch chiết bari clorua, thu được theo TCVN 6646 (ISO 11260).

6.2 Dịch chiết mẫu trắng, thu được theo cùng quy trình trên [TCVN 6646 (ISO 11260)].

7 Cách tiến hành

7.1 Độ chua trao đổi tổng số

Dùng pipet lấy 50 mL dịch chiết (6.1) cho vào bình có dung tích đủ lớn để chứa được cả các điện cực của pH-met (5.2). Đưa con từ vào và đặt tốc độ của máy khuấy từ (5.3). Nhúng điện cực vào và chuẩn độ với dung dịch natri hydroxit (4.7) cho đến khi giá trị pH đạt 7,8 và giữ ổn định trong 30 s.

Nếu sử dụng phenolphthalein, chuẩn độ cho đến khi xuất hiện màu hồng bền (thực tế bền khoảng 30 s). Chuẩn độ 50 mL dung dịch trắng (6.2) với cùng qui trình như trên để thu được giá trị trắng.

7.2 Độ chua H^+ tự do (tùy chọn)

Dùng pipet lấy 50 mL dịch chiết (6.1). Thêm 2,5 mL dung dịch natri florua (4.8). Chuẩn độ bằng dung dịch natri hydroxit (4.7) tới giá trị pH = 7,8.

Nếu sử dụng phenolphthalein, chuẩn độ cho đến khi xuất hiện màu hồng bền (thực tế bền khoảng 30 s). Chuẩn độ mẫu trắng (6.2) theo đúng qui trình như trên.

CHÚ THÍCH: Thể tích tổng chiết theo TCVN 6646 (ISO 11260) là 100 mL. Nếu xác định các cation trao đổi, cần xác định độ chua tổng số và độ chua H^+ tự do, các thể tích lấy bằng pipet theo qui định trong 7.1 và 7.2 là phù hợp.

7.3 Xác định nhôm bằng phương pháp phổ (tùy chọn)

Đối với cả hai phương pháp phổ đã đề xuất, đường cong hiệu chuẩn của các dung dịch chuẩn (4.13) trên thực tế gần như tuyến tính. Mẫu (6.1) có nồng độ nhôm vượt quá khoảng hiệu chuẩn thì cần phải pha loãng bằng dung dịch chiết được chuẩn bị theo TCVN 6646 (ISO 11260).

Sự nhiễm bẩn do nhôm là rất ít khi xảy ra và có thể dễ dàng tránh được, do vậy sẽ không chấp nhận khi có sự khác nhau giữa tín hiệu mẫu trắng hiệu chuẩn và mẫu trắng dịch chiết.

CHÚ THÍCH 1: Bari là chất cản trở sự ion hóa đối với nhôm, vì thế việc thêm kali hoặc cesi, là những chất thường được khuyến dùng để xác định nhôm trong ngọn lửa dinitơ oxit/acetylen là không cần thiết.

TCVN 8886:2011

CHÚ THÍCH 2: Khi sử dụng phương pháp phổ ICP, nếu độ nhạy vẫn đủ cao, thì pha loãng dung dịch chuẩn (4.13) và mẫu (6.1 và 6.2) bằng nước (4.1) theo đúng quy trình ở trên trước khi đo.

8 Tính toán

Tính độ chua trao đổi tổng số trên cơ sở đất đã sấy khô theo Công thức (1):

$$E_A = \frac{(V_a - V_b) \cdot c_{\text{NaOH}} \cdot 100 \cdot V}{V_s \cdot m} \cdot \frac{100 + w}{100} \quad (1)$$

Trong đó

E_A là độ chua trao đổi tổng số của đất, tính bằng cmol.kg^{-1} , trên cơ sở đất đã sấy khô;

V_a là thể tích của natri hydroxit đã dùng cho phần mẫu thử, tính bằng mililit;

V_b là thể tích của natri hydroxit đã dùng cho mẫu trắng, tính bằng mililit;

c_{NaOH} là nồng độ của dung dịch natri hydroxit, tính bằng mol.L^{-1} ;

V_s là thể tích của mẫu thử lấy bằng pipet, tính bằng mililit;

m là khối lượng của mẫu thử được cân theo TCVN 6646 (ISO 11260), tính bằng gam;

V là thể tích cuối cùng của dịch chiết theo TCVN 6646 (ISO 11260), tính bằng mililit;

w là phần trăm hàm lượng nước (theo khối lượng) tính theo đất đã sấy khô bằng tủ sấy, được xác định theo TCVN 5963 (ISO 11465).

Đối với độ chua H^+ tự do sử dụng công thức (1), với a và b là các thể tích thêm vào trong 7.2

Tính nồng độ nhôm trao đổi trên cơ sở đất đã sấy khô theo Công thức (2):

$$E_{\text{Al}} = \frac{\rho_{\text{Al}} \cdot V}{90 \cdot m} \cdot \frac{100 + w}{100} \quad (2)$$

Trong đó

E_{Al} là nồng độ của nhôm trao đổi, tính bằng cmol.kg^{-1} ;

ρ_{Al} là nồng độ của nhôm xác định được trong dịch chiết, tính bằng mg.L^{-1} ;

m là khối lượng của mẫu thử được cân theo TCVN 6646 (ISO 11260), tính bằng gam;

V là thể tích cuối cùng của dịch chiết theo TCVN 6646 (ISO 11260), tính bằng mililit;

w là phần trăm hàm lượng nước (phần khối lượng) tính theo đất đã sấy khô bằng tủ sấy, được xác định theo TCVN 5963 (ISO 11465).

9 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử phải bao gồm thông tin sau:

- a) Việu dẫn tiêu chuẩn này;
 - b) Tất cả các thông tin cần thiết để nhận dạng đầy đủ mẫu;
 - c) Kết quả của phép xác định, tính bằng cmol.kg^{-1} với một số thập phân;
 - d) Sử dụng phenolphthalein thay cho pH-met;
 - e) Chi tiết các quá trình vận hành không được qui định trong tiêu chuẩn này hoặc các tiêu chuẩn là tùy chọn và yếu tố có thể ảnh hưởng đến kết quả.
-