

TCVN 8941:2011

Xuất bản lần 1

**CHẤT LƯỢNG ĐẤT –
XÁC ĐỊNH CÁC BON HỮU CƠ TỔNG SỐ –
PHƯƠNG PHÁP WALKLEY BLACK**

Soil quality –

Determination of total organic carbon – Walkley Black method

HÀ NỘI – 2011

Lời nói đầu

TCVN 8941:2011 được chuyển đổi từ 10 TCN 378 – 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 8941:2011 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 các bon hữu cơ tổng số – Phương pháp Walkley Black

*Soil quality – Determination of total organic carbon –
Walkley Black method*

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng các bon hữu cơ tổng số của đất theo phương pháp Walkley Black.

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

Oxy hóa các bon hữu cơ trong đất bằng dung dịch kali bicromat trong môi trường axit sunfuric đậm đặc. Chuẩn độ lượng dư kali dicromat bằng dung dịch muối Fe (II).

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 kĩ thuật, có độ chính xác đến $\pm 0,01$ g;

4.3 Thiết bị phá mẫu.

TCVN 8941:2011

- 4.4 Bình nón, dung tích 100 ml và 250 ml;
- 4.5 Bình định mức, dung tích 50 ml, 100 ml và 1000 ml;
- 4.6 Phễu lọc, có đường kính từ 5 cm đến 10 cm;
- 4.7 Pipet, dung tích 1 ml, 2 ml, 5 ml, 10 ml;
- 4.8 Cốc chịu nhiệt: dung tích 1000 ml,
- 4.9 Giấy lọc chậm, Ø 110 mm.
- 4.10 Bình phá mẫu, dung tích 100 ml
- 4.11 Buret: 25ml, 50 ml.
- 4.12 Máy đo pH

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, ($d = 1,84$)
- 5.1.3 Axit phosphoric, (H_3PO_4)
- 5.1.4 Sắt (II) amoni sunfat (Muối Mohr), ($FeSO_4 (NH_4)_2SO_4 \cdot 6H_2O$)
- 5.1.5 Kali dicromat, ($K_2Cr_2O_7$)
- 5.1.6 Natri cacbonat, (Na_2CO_3)
- 5.1.7 Bari diphenylamine sunfonat ($C_{24}H_{20}BaN_2O_6S_2$),
- 5.1.8 N. Phenylantranilic ($C_{13}H_{11}O_2N$),

5.2 Các dung dịch thuốc thử

- 5.2.1 Dung dịch Kali dichromat ($K_2Cr_2O_7$) chuẩn 0,1667 mol/l.

Cân chính xác 49,04 g kali dicromat (5.1.5) đã sấy khô ở 105 °C, hòa tan vào khoảng 600 ml nước cất trong bình định mức dung tích 1000 ml. Khuấy đều. Định mức đến 1000 ml bằng nước cất.

- 5.2.2 Sắt (II) amoni sunfat (muối Mohr) 0,5 mol/l

Cân 196 gam muối Mohr (5.1.4) hòa tan với khoảng 600 ml nước cất trong bình định mức dung tích 1000 ml. Thêm từ từ 50 ml axit sunfuric (5.1.2). Để nguội và thêm nước cất đến vạch 1000 ml. Bảo quản trong bình kín tránh sự thâm nhập của oxy không khí. Nên kiểm tra nồng độ của dung dịch trước khi sử dụng.

5.2.3 Chỉ thị màu

Có thể sử dụng một trong các dung dịch chỉ thị màu sau:

- Chỉ thị màu Bari diphenylamine sunfonat 0,16 %: hòa tan 0,16 g chỉ thị trong 100 ml nước cất.
- Chỉ thị màu N. Phenylnantranilic 0,1 %: hòa tan 0,1 g chỉ thị và 0,1 g Na_2CO_3 trong 100 ml nước cất.

6 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu

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

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

7 Cách tiến hành

7.1 Cân 0,5 g mẫu đất trên cân phân tích (4.1), cho vào bình nón có dung tích 250 ml (4.4).

7.2 Thêm chính xác bằng pipet 10 ml kali dicromat (5.2.1), lắc trộn đều đất và dung dịch.

7.3 Thêm nhanh 20 ml axit sunfuric (5.1.2) từ xylanh hoặc từ ống đong. Lắc đều hỗn hợp. Để yên trong 30 min.

7.4 Thêm 100 ml nước và 10 ml axit photphoric (5.1.3), để nguội hỗn hợp (phải để thật nguội để tránh quá trình chuẩn độ Fe^{++} có thể bị oxy hóa bởi không khí).

7.5 Thêm 0,3 ml chỉ thị (5.2.3) và chuẩn độ dicromat dư bằng dung dịch muối Fe^{++}

7.6 Tới gần điểm kết thúc màu trở nên xanh tím đậm, cần thiết nhỏ từng giọt và cẩn thận lắc đều cho đến khi màu đột ngột chuyển sang màu xanh lá cây sáng là kết thúc.

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

7.7 Cản trở

- Khi nhiệt độ môi trường thấp, nhiệt độ sinh ra do phản ứng tỏa nhiệt của axit sunfuric (5.1.2) với dung dịch kali dicromat (5.2.1), có thể không đủ đảm bảo cho quá trình oxy hóa các chất hữu cơ. Khi đó, các tác động hỗ trợ nhiệt cho quá trình phân tích là cần thiết.
- Đối với các mẫu đất có chứa hàm lượng Cl^- cao ($\text{EC} > 0.5 \text{ mS/cm}$), có thể ảnh hưởng (làm tăng cao) kết quả xác định hàm lượng các bon hữu cơ. Để khắc phục hiện tượng này, đất cần được rửa mặn bằng nước cất với tỉ lệ 1:5. Sau đó, sấy khô đất và nghiền qua rây 0,25 mm.

8 Tính toán kết quả

Hàm lượng các bon hữu cơ tổng số (% OC) được tính theo Công thức (1):

$$OC(\%) = \frac{(a-b) \times 0,4 \times c \times k}{m} \quad (1)$$

Trong đó:

a là thể tích dung dịch muối Fe^{++} tiêu tốn khi chuẩn độ mẫu trắng, tính bằng mililit (ml);

b là thể tích dung dịch muối Fe^{++} tiêu tốn khi chuẩn độ mẫu, tính bằng mililit (ml);

m là lượng mẫu cân, tính bằng gam (g);

c là nồng độ mol của dung dịch Fe^{++} (đã được kiểm tra nồng độ) (mol/l);

$$0,4 = 3 \times 10^{-3} \times 100 \times 100/75$$

(trong đó: 3 là khối lượng mol đương lượng của cacbon, 100 là hệ số quy đổi phần trăm và 100/75 là hệ số điều chỉnh do quá trình oxy hóa các bon hữu cơ không triệt để)

k là hệ số khô kiệt mẫu

Hàm lượng chất hữu cơ tổng số (% OM) được chuyển đổi theo Công thức (2):

$$OM(\%) = 1,724 \times OC(\%) \quad (2)$$

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;
 - 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.
-