

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 5255 : 2009

Xuất bản lần 2

CHẤT LƯỢNG ĐẤT
PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG NITƠ DỄ TIÊU

Soil quality – Method for the determination of bio-available nitrogen

HÀ NỘI – 2009

Lời nói đầu

TCVN 5255 : 2009 thay thế cho TCVN 5255 : 1990.

TCVN 5255 : 2009 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC190 *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 hàm lượng nitơ dễ tiêu

Soil quality – Method for the determination of bio-available nitrogen

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định hàm lượng nitơ dễ tiêu trong đất bằng phương pháp chưng cất.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau rất cần thiết cho việc 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 6647 (ISO 11464), *Chất lượng đất – Xử lý sơ bộ đất để phân tích hoá-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

Dùng dung dịch kali clorua 1 mol/l để chiết các dạng nitơ dễ tiêu của đất, khử nitrat bằng hỗn hợp Devarda và sau đó chưng cất dịch chiết với natri hydroxyt trong bộ cất micro Kjendahl. Hấp phụ amoniac bằng dung dịch axit boric và xác định hàm lượng nitơ bằng cách chuẩn độ với các dung dịch chuẩn axit clohydric.

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 sai số $\pm 0,0001$ g;

4.2 Cân kỹ thuật, có sai số $\pm 0,1$ g;

4.3 Bộ cất nitơ micro Kjendahl;

TCVN 5255 : 2009

- 4.4 **Phễu lọc**, đường kính từ 8 cm đến 10 cm;
- 4.5 **Bình tam giác**, dung tích 100 ml, 250 ml;
- 4.6 **Pipet bầu**, dung tích 20 ml sai số $\pm 0,1$ ml;
- 4.7 **Buret**, dung tích 25 ml, hoặc 50 ml sai số $\pm 0,1$ ml;
- 4.8 **Máy lắc**;
- 4.9 **Bình hút ẩm**;
- 4.10 **Bình định mức**, dung tích 1000 ml;
- 4.11 **Cột lọc ionit**.

5 Thuốc thử, hoá chất

5.1 Hoá 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 tinh khiết tương đương.

- Kali clorua (KCl);
- Axit boric (H_3BO_3);
- Bột kẽm (Zn);
- Bột nhôm (Al);
- Bột đồng (Cu);
- Các ống tiêu chuẩn axit clohydric (HCl);
- Các chỉ thị màu: phenolftalein, metyl đỏ; bromocresol xanh.
- Nước cất không có nitơ. Lọc nước cất qua các cột ionit.

5.2 Dung dịch, thuốc thử

5.2.1 Dung dịch kali clorua 1 mol/l. Dùng cân kỹ thuật (4.2) cân 74 g kali clorua, thêm nước cất không có nitơ đến 1 000 ml.

5.2.2 Chỉ thị màu phenolftalein: Dùng cân phân tích (4.1) cân 0,1 g phenolftalein pha thành 100 ml bằng etanol 70 %.

5.2.3 Chỉ thị màu hỗn hợp metyl đỏ và bromocresol xanh.

- Dùng cân phân tích (4.1) cân 0,66 g metyl đỏ pha thành 100 ml với etanol 95 %.
- Dùng cân phân tích (4.1) cân 0,99 g bromocresol xanh pha thành 100 ml với etanol 95 %.
- Trộn 2 dung dịch chỉ thị màu theo tỷ lệ 1 : 1 thể tích.

5.2.4 Dung dịch axit boric 2 %: Dùng cân kỹ thuật (4.2) cân 20 g axit boric cho vào bình định mức đã đựng sẵn 700 ml nước cất không có nitơ dạng amoni (NH_4^+). Khuấy cho tan hết và để nguội, chuyển vào bình định mức 1000 ml đựng sẵn 200 ml chỉ thị màu hỗn hợp. Lắc trộn đều.

Điều chỉnh môi trường bằng cách nhỏ từng giọt dung dịch natri hydroxit 10 % cho đến khi màu của dung dịch còn hơi đỏ lía.

Pha thêm nước cất không có sắt không có nitơ dạng amoni cho đến vạch định mức. Lắc đều và chuyển qua đựng trong bình kín có màu tối.

5.2.5 Hỗn hợp Devarda: trộn đều các bột kim loại kẽm, đồng, nhôm mịn và khô theo tỷ lệ khối lượng 5 : 50 : 45. Bảo quản hỗn hợp trong bình hút ẩm.

5.2.6 Dung dịch natri hydroxyt (NaOH) 10 mol/l hoặc 40 %.

5.2.7 Dung dịch chuẩn axit clohydric 0,01 mol/l: pha từ các ống tiêu chuẩn bằng nước cất không có nitơ dạng amoni trong bình định mức 1000 ml.

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 Chiết

Dùng cân kỹ thuật (4.2) cân 20,0 g mẫu đất cho vào bình tam giác có dung tích 250 ml, thêm vào 40 ml dung dịch kali clorua 1 mol/l. Lắc trong 1 giờ và lọc lấy dịch trong.

7.2 Chung cất nitơ

7.2.1 Lắp bộ chung cất nitơ micro Kendan; đầu ống ngưng lạnh ngập trong 20 ml dung dịch axit boric 2 % đựng trong bình tam giác dung tích 100 ml.

7.2.2 Chung cất nitơ dạng amoni

- Dùng pipét hút 20,0 ml dịch lọc cho vào bình chung cất nitơ.
- Thêm khoảng 20 ml nước cất và vài giọt chỉ thị phenolftalein.
- Thêm từ từ dung dịch natri hydroxyt (5.2.6) đến khi dung dịch xuất hiện màu hồng.
- Cho nước chảy qua ống ngưng lạnh và đun bình chung cất nitơ. Thời gian cất khoảng 5 phút kể từ khi sôi dịch.
- Sau khi chung cất hết amoniac (có thể thử bằng giấy tẩm thuốc Nettle trên luồng hơi ở cuối ống ngưng lạnh) thì ngừng chung cất và chuẩn độ lượng nitơ thông qua lượng amoni borat được tạo

TCVN 5255 : 2009

thành trong axit boric bằng dung dịch tiêu chuẩn axit clohydric 0,01 mol/l cho đến khi mẫu chuyển từ xanh sang hơi đỏ tía.

7.2.3 Chứng cất nitơ dạng amoni và nitrat

Tiến hành như 7.2.2 nhưng ở bước thứ ba đồng thời thêm dung dịch natri hydroxyt và thêm 0,2 g hỗn hợp Devarda.

7.2.4 Chứng cất riêng nitơ dạng amoni nitrat

Nitơ dạng nitrat có thể tinh được là hiệu của nitơ hai dạng amoni cộng với nitrat với nitơ dạng amoni. Cũng có thể chứng cất riêng tiến hành như 7.2.2 nhưng sau khi chứng cất hết nitơ dạng amoni thì thay bình tam giác đựng 20 ml axit boric khác và thêm 0,2 g hỗn hợp Devarda vào bình chưng cất và tiếp tục đun bình chưng cất cho đến khi hết amoniac. Chuẩn độ nitơ qua lượng amoni borat tạo thành trong axit boric bằng các dung dịch chuẩn axit clohydric 0,01 mol/l.

7.2.5 Chứng cất mẫu trắng

Tiến hành chưng cất mẫu trắng như 7.2.2, thay 20,0 ml dịch lọc bằng 20,0 ml dung dịch kali clorua 1 mol/l.

8 Tính toán kết quả

Tính hàm lượng nitơ để tiêu của đất (X) tính bằng miligam trong 100 g đất theo công thức sau:

$$X = \frac{(V - V_0) c \times 14 \times 100 K}{G}$$

Trong đó:

V là thể tích dung dịch axit clohydric chuẩn đã dùng khi chuẩn độ dịch lọc, tính bằng millilit;

V₀ là thể tích dung dịch axit clohydric chuẩn đã dùng khi chuẩn độ mẫu trắng, tính bằng millilit.

c là nồng độ của axit clohydric tính bằng mol trên lít;

G là khối lượng đất ứng với dịch lọc, tính bằng gam;

K là hệ số khô tuyệt đối của đất;

14 là phân tử lượng của nitơ;

100 là hệ số quy về 100 gam đất.

9 Các yếu tố cản trở

9.1 Bộ cất nitơ cần đảm bảo tuyệt đối kín, tránh mất nitơ. Trước lúc sử dụng cần kiểm tra như sau:

Cho vào bình chưng cất 20,0 ml dung dịch amoni clorua và sau đó cho 20,0 ml natri hydroxit 40 % rồi chưng cất cho đến khi hết amoniac.

Chuẩn độ lượng nitơ hấp thụ trong bình hứng đựng axit boric. Nếu bộ cất nitơ tốt thì phải chuẩn độ hết 7,10 ml đến 7,15 ml dung dịch axit clohydric 0,01 mol/l.

9.2 Phòng chuẩn bị mẫu và chưng cất không được có khí amoniac.

9.3 Nước cất sử dụng không được có khí nitơ, cần lọc qua cột ionit.

9.4 Phải tiến hành chưng cất mẫu trắng với mỗi lần xác định.

10 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm bao gồm những thông tin sau:

- Viện dẫn tiêu chuẩn này;
 - Đặc điểm nhận dạng mẫu;
 - Kết quả xác định hàm lượng nitơ để tiêu;
 - 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.
-