

TCVN 6642 : 2000

ISO 10694 : 1995

**CHẤT LƯỢNG ĐẤT – XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG
CACBON HỮU CƠ VÀ CACBON TỔNG SỐ SAU
KHI ĐỐT KHÔ (PHÂN TÍCH NGUYÊN TỐ)**

*Soil quality – Determination of organic and total carbon
after dry combustion (elementary analysis)*

HÀ NỘI -2000

Lời nói đầu

TCVN 6642 : 2000 hoàn toàn tương đương với ISO 10694 : 1995

TCVN 6642 : 2000 do Ban Kỹ thuật Tiêu chuẩn TCVN/TC 190
Chất lượng đất biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất
lượng đề nghị, Bộ Khoa học, Công nghệ và Môi trường ban hành

Chất lượng đất – Xác định hàm lượng cacbon hữu cơ và cacbon tổng số sau khi đốt khô (phân tích nguyên tố)

Soil quality – Determination of organic and total carbon after dry combustion (elementary analysis)

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định hàm lượng cacbon tổng số trong đất sau khi đốt khô. Hàm lượng cacbon hữu cơ được tính từ hàm lượng này sau khi hiệu chỉnh cacbonat có trong mẫu thử. Nếu đã loại bỏ cacbonat trước thì đo trực tiếp hàm lượng cacbon hữu cơ.

Tiêu chuẩn này có thể áp dụng cho tất cả các loại mẫu đất được làm khô trong không khí.

2 Tiêu chuẩn trích dẫn

TCVN 4851 - 89 (ISO 3696 : 1987) Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử.

TCVN 5979 : 1995 (ISO 10390 : 1994) Chất lượng đất – Xác định độ pH.

TCVN 6655 : 2000 (ISO 10693) Chất lượng đất – Xác định hàm lượng cacbonat – Phương pháp thể tích.

TCVN 6647 : 2000 (ISO 11464 : 1994) Chất lượng đất – Xử lý sơ bộ mẫu để phân tích lý - hoá.

TCVN 6648 : 2000 (ISO 11465 : 1993) Chất lượng đất – Xác định chất khô và hàm lượng nước theo khối lượng – Phương pháp khối lượng.

3 Nguyên tắc

Oxi hoá cacbon có trong đất thành cacbon dioxit (CO_2) bằng cách nung đất đến nhiệt độ tối thiểu 900°C trong luồng khí oxi không chứa cacbon dioxit. Lượng cacbon dioxit giải phóng được đo bằng các phương pháp chuẩn độ, khối lượng, độ dẫn điện, sắc ký khí hoặc sử dụng phương pháp phát hiện bằng tia hồng

TCVN 6642 : 2000

ngoại, phụ thuộc vào thiết bị sử dụng. Khi đất nung nóng đến nhiệt độ ít nhất là 900°C, thì tất cả cacbonat có mặt đều bị phân huỷ hoàn toàn. Để xác định hàm lượng cacbon hữu cơ, thì bất kỳ cacbonat nào có mặt đều phải loại bỏ trước bằng cách xử lý đất với axit clohidric, nếu không phải biết trước lượng cacbonat của mẫu cần kiểm tra rồi trừ đi sau khi đã có kết quả.

Chú thích 1 – Khi pH-CaCl₂ nhỏ hơn 6,5, thì không chắc hẳn có cacbonat. Thí dụ : kết hợp này ở pH thấp và sự có mặt cacbonat chỉ có thể có trong đất mới bón vôi.

4 Thuốc thử

Chỉ sử dụng thuốc thử đạt độ tinh khiết phân tích và sử dụng nước cất hoặc nước đã khử ion cho tất cả các dung dịch.

4.1 Nước, có độ dẫn điện riêng không lớn hơn 0,2 mS/m ở 25°C (nước đạt chất lượng cấp 2 của TCVN 4851 - 89 (ISO 3696)).

4.2 Chất hiệu chuẩn

Thí dụ axetanilit (C₈H₉NO), atropin (C₁₇H₂₃NO₃), canxi cacbonat (CaCO₃), bột graphit quang phổ (C) và kali hidro phtalat (C₈H₅KO₄).

4.3 Axit clohidric, c(HCl) = 4 mol/l.

Pha loãng bằng nước (4.1) 340 ml axit clohidric đậm đặc ($\rho = 1,19$ g/ml) đến 1 000 ml.

Chú thích 2 – Các thuốc thử và / hoặc các chất xúc tác có thể cần cho việc khử, oxi hoá, loại bỏ và / hoặc cố định các khí đốt làm ảnh hưởng kết quả đều phụ thuộc vào phương pháp phát hiện được sử dụng. Nên tham khảo sổ tay của nhà chế tạo thiết bị được dùng.

5 Thiết bị, dụng cụ

5.1 Dụng cụ thủy tinh chuẩn của phòng thí nghiệm

5.2 Cân phân tích (có thể cân chính xác đến 0,1 mg), hoặc cân vi lượng (cân chính xác đến 0,01 mg).

5.3 Thiết bị xác định hàm lượng cacbon tổng số, bằng cách đốt mẫu ở nhiệt độ ít nhất là 900°C, có một detector để đo cacbon dioxit tạo thành.

Chú thích

3) Các phương pháp phát hiện sau đây hiện nay có sẵn: chuẩn độ, khối lượng, đo tính dẫn điện, sắc ký khí và đo tia hồng ngoại.

4) Một số thiết bị hiện đại có thể xác định cacbon hữu cơ và cacbon vô cơ đồng thời, bằng cách tăng từ từ nhiệt độ và đo liên tục cacbon dioxit.

5) Một số thiết bị có thể xác định đồng thời hàm lượng nitơ tổng số và cacbon tổng số trong đất.

5.4 Chén nung, bằng sứ, thạch anh, bạc, thiếc hoặc niken có các cỡ khác nhau.

Chú thích 6 – Chén nung bằng thiếc hoặc niken không bền với axit.

6 Mẫu thí nghiệm

Sử dụng các mẫu đất được làm khô trong không khí có phần cỡ hạt nhỏ hơn 2 mm, đã xử lý sơ bộ theo TCVN 6647 : 2000 (ISO 11464). Sử dụng phần mẫu thí nghiệm để xác định hàm lượng nước theo TCVN : 6648 : 2000 (ISO 11465) và nếu cần, xác định hàm lượng cacbonat theo TCVN 6655 : 2000 (ISO 10693).

7 Cách tiến hành

Qui trình này bao gồm việc xác định hoặc là :

- a) hàm lượng cacbon tổng số bao gồm cacbon có mặt như cacbonat; hoặc
- b) hàm lượng cacbon hữu cơ sau khi đã loại cacbonat.

Chú thích 7 – Hàm lượng cacbon hữu cơ tổng số có thể tính được bằng cách xác định hàm lượng cacbon tổng số và trừ đi hàm lượng cacbon có mặt ở dạng cacbonat xác định được theo TCVN 6655 : 2000 (ISO 10693).

7.1 Hiệu chuẩn các thiết bị

Hiệu chuẩn thiết bị theo mô tả trong sổ tay hướng dẫn có liên quan. Để hiệu chuẩn hoặc dựng đường chuẩn, sử dụng một trong các chất đã liệt kê trong 4.2.

7.2 Xác định hàm lượng cacbon tổng số

Khối lượng mẫu thử cần phân tích phụ thuộc vào hàm lượng nitơ tổng số dự đoán và phụ thuộc vào thiết bị được sử dụng. Cân m_1 g mẫu đất được làm khô trong không khí cho vào chén nung (5.4). Tiến hành phân tích theo hướng dẫn của nhà sản xuất đối với thiết bị.

Khi cần xác định hàm lượng cacbon hữu cơ, trước tiên phải loại cacbonat có mặt trong đất. Trong trường hợp này, tuân theo qui trình mô tả trong 7.3.

7.3 Xác định hàm lượng cacbon hữu cơ

Cho một lượng axit clohidric (4.3) dư vào chén nung chứa một lượng đất được làm khô trong không khí (xem 7.2) đã biết khối lượng và trộn. Để yên 4h và sấy chén nung 16 h ở nhiệt độ từ 60°C đến 70°C. Sau đó tiến hành phân tích theo hướng dẫn của nhà sản xuất đối với thiết bị.

Chú thích 8 – Lượng axit clohidric cần thêm vào phụ thuộc vào khối lượng mẫu thử và hàm lượng cacbonat. Trong mọi trường hợp, lượng dư của axit clohidric thêm vào, có thể ước tính bằng cách coi lượng mẫu cần phân tích là gồm 100% cacbonat.

TCVN 6642 : 2000

Chú ý an toàn – Các chén nung được sử dụng nên đủ lớn để tránh sự cố khi vận chuyển chén nung chứa mẫu đã bổ sung axit clohidric.

8 Tính toán kết quả

8.1 Hàm lượng cacbon tổng số

Tính hàm lượng cacbon tổng số có trong mẫu theo đất khô kiệt, theo công thức :

$$w_{C,t} = 1000 \times \frac{m_2}{m_1} \times 0,2727 \times \frac{100 + w_{H_2O}}{100}$$

trong đó

$w_{C,t}$ là hàm lượng cacbon tổng số tính theo đất khô kiệt, tính bằng gam trên kilogam;

m_1 là khối lượng phần mẫu thử, tính bằng gam;

m_2 là khối lượng cacbon dioxit được giải phóng từ mẫu đất, tính bằng gam;

0,2727 là hệ số chuyển đổi từ CO₂ sang C;

w_{H_2O} là hàm lượng nước, biểu thị bằng phần trăm khối lượng theo khối lượng khô, xác định được theo TCVN 6648 : 2000 (ISO 11465).

8.2 Hàm lượng cacbon hữu cơ

8.2.1 Hàm lượng cacbon hữu cơ (xác định gián tiếp)

Tính hàm lượng cacbon hữu cơ có trong mẫu tính theo đất khô kiệt, theo công thức :

$$w_{C,o} = w_{C,t} - (0,12 \times w_{CaCO_3})$$

trong đó

$w_{C,o}$ là hàm lượng cacbon hữu cơ theo đất khô kiệt, tính bằng gam trên kilogam;

$w_{C,t}$ là hàm lượng cacbon tổng số theo đất khô kiệt, xác định được theo 8.1, tính bằng gam trên kilogam;

0,12 là hệ số chuyển đổi ;

w_{CaCO_3} là hàm lượng cacbonat có trong đất, được biểu thị theo canxi cacbonat tương ứng theo đất khô kiệt, được xác định theo TCVN 6655 : 2000 (ISO 10693), tính bằng gam trên kilogam;

8.2.2 Hàm lượng cacbon hữu cơ (xác định trực tiếp)

Nếu cacbonat đã được loại bỏ trước (theo qui trình qui định trong 7.3), thì hàm lượng cacbon hữu cơ được xác định theo 8.1.

8.3 Hàm lượng chất hữu cơ

Hàm lượng chất hữu cơ của mẫu đất có thể tính được từ hàm lượng cacbon hữu cơ theo công thức :

$$w_{om} = f \times w_{C,o}$$

trong đó

w_{om} là hàm lượng chất hữu cơ tính theo đất khô kiệt, tính bằng gam trên kilogam;

$w_{C,o}$ là hàm lượng cacbon hữu cơ tính theo đất khô kiệt, tính bằng gam trên kilogam;

f là hệ số chuyển đổi.

Chú thích 9 – Hệ số chuyển đổi phụ thuộc vào loại chất hữu cơ, còn đối với các loại đất nông nghiệp hệ số này có thể biến thiên từ 1,7 đến 2,0.

9 Độ lặp lại

Độ lặp lại của phép xác định hàm lượng cacbon thu được từ hai phép đo liên tục phải thỏa mãn các điều kiện nêu trong bảng 1.

Bảng 1 – Độ lặp lại

Hàm lượng cacbon g/kg		Biến thiên có thể chấp nhận được
lớn hơn	bằng và nhỏ hơn	
0,0	2,5	0,25 g/kg tuyệt đối
2,5	75	10% tương đối
75		7,5 g/kg tuyệt đối

Các kết quả thử của liên phòng thí nghiệm về xác định cacbon tổng số và cacbon hữu cơ trong năm mẫu đất được cho trong phụ lục A.

10 Báo cáo kết quả

Báo cáo kết quả phải gồm thông tin sau :

- a) theo tiêu chuẩn này;
- b) phương pháp đã sử dụng;
- c) mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu thử;
- d) kết quả xác định cacbon tổng số và / hoặc cacbon hữu cơ, tính bằng gam trên kilogam, được tính theo mẫu đất khô kiệt ; khi xác định hàm lượng cacbon hữu cơ, cần phải nêu hàm lượng cacbonat đã xác định được, hoặc là cacbonat đã được loại bỏ trước khi xác định;
- e) bất kỳ chi tiết nào khác không qui định trong tiêu chuẩn này hoặc tùy ý lựa chọn hoặc các yếu tố khác có thể ảnh hưởng đến kết quả.

Phụ lục A

(tham khảo)

Kết quả thử của liên phòng thí nghiệm

Một thử nghiệm của liên phòng thí nghiệm đã tiến hành năm 1993 tại trường Nông nghiệp Wageningen của Hà lan để kiểm tra các qui trình qui định trong tiêu chuẩn này.

Đối với thử nghiệm này, việc xác định hàm lượng cacbon hữu cơ và cacbon tổng số trong năm mẫu đất do chín phòng thí nghiệm thực hiện. Kết quả về hàm lượng cacbon hữu cơ và cacbon tổng số đã nhận được từ tám phòng thí nghiệm.

Các loại đất được sử dụng và nguồn gốc của chúng được liệt kê trong bảng A.1.

Độ lặp lại (r) và độ tái lập (R) của các kết quả phân tích thu được bởi các phòng thí nghiệm được đưa ra trong bảng A.2 và A.3.

Các kết quả được tính theo ISO 5725-2 : 1994, Tính chính xác (độ chính xác) của các phương pháp đo và các kết quả – Phần 2 : Phương pháp cơ bản để xác định độ lặp lại và độ tái lập của phương pháp đo chuẩn.

Bảng A.1 – Các loại đất được sử dụng cho thử liên phòng thí nghiệm và nguồn gốc của chúng

Đất số	Loại đất	Nguồn gốc
1	Đất bản	Phần lan
2	Andosol	Indonesia
3	Đất vườn	Hà lan
4	Đất lớt trong rừng	Thụy sỹ
5	Đất cát	Mali

Bảng A.2 – Các kết quả thử của liên phòng thí nghiệm để xác định cacbon hữu cơ trong đất

Thông số	Kết quả				
	Đất số				
	1	2	3	4	5
Số phòng thí nghiệm còn lại sau khi trừ số phòng không đạt	7	8	8	8	8
Số phòng thí nghiệm không đạt	-	-	-	-	-
Số kết quả được chấp nhận	-	-	-	-	-
Giá trị trung bình (g/kg đất khô)	410,42	63,3	83,88	41,537	2,47
Độ lệch chuẩn của độ lặp lại (S_r)	4,318	1,225	4,275	1,045	0,272
Độ lệch chuẩn tương đối của độ lặp lại (%)	1,052	1,935	5,096	2,515	10,998
Giới hạn của độ lặp lại ($r = 2,8 \times S_r$)	12,090	3,43	11,969	2,925	0,761
Độ lệch chuẩn của độ tái lập (S_R)	127,413	11,957	19,376	5,523	1,555
Độ lệch chuẩn tương đối của độ tái lập (%)	11,087	18,888	23,098	13,297	62,92
Giới hạn của độ tái lập ($R = 2,8 \times S_R$)	45,505	33,48	54,253	15,465	4,355

Bảng A.3 – Các kết quả thử của liên phòng thí nghiệm để xác định cacbon tổng số trong đất

Thông số	Kết quả				
	Đất số				
	1	2	3	4	5
Số phòng thí nghiệm còn lại sau khi trừ số phòng không đạt	8	8	8	8	8
Số phòng thí nghiệm không đạt	-	-	-	-	-
Số kết quả được chấp nhận	-	-	-	-	-
Giá trị trung bình (g/kg đất khô)	439,46	72,86	98,56	45,61	2,63
Độ lệch chuẩn của độ lặp lại (S_r)	6,622	1,314	2,387	1,131	0,127
Độ lệch chuẩn tương đối của độ lặp lại (%)	1,507	1,803	2,422	2,481	4,833
Giới hạn của độ lặp lại ($r = 2,8 \times S_r$)	18,544	3,679	6,686	3,169	0,356
Độ lệch chuẩn của độ tái lập (S_R)	25,246	5,92	9,483	2,387	1,391
Độ lệch chuẩn tương đối của độ tái lập (%)	5,744	8,124	9,620	5,234	52,751
Giới hạn của độ tái lập ($R = 2,8 \times S_R$)	70,69	16,577	26,552	6,685	3,895

Phụ lục B

(tham khảo)

Tài liệu tham khảo

[1] Nelson, D.W và Sommer, L.E. (1982) Cacbon tổng số, cacbon hữu cơ và chất hữu cơ, Các phương pháp phân tích đất, Phần 2 (xuất bản lần thứ hai) Page et al. (eds), Soil Sci. Soc. Amer., Madison, Wisconsin, USA.
