

TCVN 6645 : 2000

ISO 13878 : 1998

**CHẤT LƯỢNG ĐẤT – XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG NITƠ
TỔNG SỐ BẰNG ĐỐT KHÔ ("PHÂN TÍCH NGUYÊN TỐ")**

*Soil quality – Determination of total nitrogen content
by dry combustion ("elemental analysis")*

HÀ NỘI -2000

Lời nói đầu

TCVN 6645 : 2000 hoàn toàn tương đương với ISO 13878 : 1998.

TCVN 6645 : 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 nitơ tổng số bằng đốt khô ("phân tích nguyên tố")

Soil quality – Determination of total nitrogen content by dry combustion ("elemental analysis")

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định nitơ tổng số trong đất sau khi đốt khô.

Tiêu chuẩn này có thể áp dụng cho tất cả các loại đất.

Chú thích – Phương pháp này được xây dựng theo phương pháp thủ công của Dumas [3]. Khả năng áp dụng của phương pháp được tăng nhiều do việc sử dụng thiết bị tự động hiện đại.

2 Tiêu chuẩn trích dẫn

TCVN 6647 : 2000 (ISO 11464 : 1994) Chất lượng đất – Xử lý sơ bộ mẫu thử 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

Hàm lượng nitơ của đất đã xử lý sơ bộ theo TCVN 6647 : 2000 (ISO 11464) được xác định bằng cách đốt ở nhiệt độ ít nhất là 900°C với sự có mặt của khí oxi. Các hợp chất nitơ hữu cơ và nitơ khoáng được oxi hoá và/hoặc phân huỷ. Các sản phẩm đốt là các oxit nitơ (NO_x) và nitơ phân tử (N_2). Sau khi qui đổi tất cả các dạng nitơ về dạng nitơ phân tử N_2 , hàm lượng nitơ tổng số được đo bằng độ dẫn nhiệt.

4 Thuốc thử

Chỉ sử dụng thuốc thử đạt độ tinh khiết phân tích.

TCVN 6645 : 2000

4.1 Khí đốt (oxi)

Đối với các yêu cầu đặc biệt, xem sổ tay hướng dẫn của thiết bị được sử dụng.

4.2 Hoá chất và/hoặc chất xúc tác

Dùng để khử, oxi hoá, loại bỏ và/hoặc hãm các khí đốt cản trở đến phép phân tích.

4.3 Chất hiệu chuẩn

Thí dụ axetanilit (C_8H_9NO), axit L-aspartic ($C_4H_7NO_4$), các amino axit có thành phần đã biết trước hoặc các mẫu đất có hàm lượng nitơ đã biết.

Chú thích – Hàm lượng nitơ của chất hiệu chuẩn càng giống hàm lượng nitơ của đất càng tốt.

5 Thiết bị, dụng cụ

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

5.2 Thiết bị đốt, được sử dụng để xác định hàm lượng nitơ tổng số ở nhiệt độ ít nhất là 900°C, bao gồm một detector để đo khí nitơ được tạo thành. Tham khảo sổ tay hướng dẫn của nhà chế tạo thiết bị.

5.3 Chén đốt nhiều cỡ, thí dụ có dung tích danh định là 10 ml hoặc 20 ml. Các yêu cầu đặc biệt được nêu trong sổ tay hướng dẫn của thiết bị sử dụng.

6 Mẫu thí nghiệm

Xử lý sơ bộ đất theo TCVN 6647 : 2000 (ISO 11464). Dùng phần mẫu có cỡ hạt với đường kính < 2 mm để xác định hàm lượng nitơ tổng số. Sử dụng cũng phần đó để xác định hàm lượng nước theo TCVN 6648 : 2000 (ISO 11465).

Nếu yêu cầu khối lượng đất nhỏ hơn 2 g để phân tích nitơ, nghiền tiếp mẫu đại diện, cho qua rây có cỡ lỗ qui định trong sổ tay hướng dẫn của nhà sản xuất để đảm bảo được độ tái lập của phương pháp thử. Nghiền đủ lượng đất cần thiết cho các phép phân tích để đảm bảo so sánh kết quả (xem điều 9).

Chú thích – Cỡ hạt thích hợp của mẫu thử phụ thuộc vào mức độ đồng nhất và thành phần chất hữu cơ trong đất.

7 Cách tiến hành

7.1 Hiệu chuẩn thiết bị

Hiệu chuẩn thiết bị theo mô tả trong sổ tay hướng dẫn có liên quan, sử dụng một trong các chất hiệu chuẩn đề cập trong 4.3. Chất hiệu chuẩn này nên có hàm lượng nitơ giống hàm lượng nitơ trong mẫu đất.

7.2 Xác định hàm lượng nitơ 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 hoặc mẫu cho vào chén đốt (5.3). Tiến hành phân tích theo số tay hướng dẫn của nhà sản xuất thiết bị.

Thông thường các kết quả ban đầu tính theo miligam nitơ (X_1) hoặc phần khối lượng của nitơ (X_2), được biểu thị bằng phần trăm khối lượng của đất được làm khô trong không khí đã dùng (m_1).

Chú thích – Trong các lỗ xốp của đất là không khí và đó đó có khí nitơ. Khí nitơ cũng có thể vào khoang đốt khi mở để thay mẫu. Cả hai thực tế này có thể dẫn đến việc đánh giá quá cao hàm lượng nitơ tổng số trong đất. Do đó, cần phải loại bỏ bằng luồng khí oxi trước khi đốt.

8 Tính và biểu thị kết quả

Tính hàm lượng nitơ tổng số w_N trên cơ sở đất khô, bằng miligam trên gam theo công thức :

a) Đối với kết quả ban đầu tính theo miligam nitơ :

$$w_N = X_1 / m_1 \times (100 + w) / 100$$

b) Đối với các kết quả ban đầu tính theo phần trăm khối lượng nitơ :

$$w_N = X_2 \times 10 \times (100 + w) / 100$$

trong đó

w_N là hàm lượng N tính bằng miligam trên gam đất khô kiệt;

X_1 là kết quả ban đầu tính bằng miligam N;

X_2 là kết quả ban đầu tính bằng phần trăm N (khối lượng);

m_1 là khối lượng đất được làm khô trong không khí để phân tích, tính bằng gam;

w là phần trăm độ ẩm theo đất khô kiệt, xác định được theo TCVN 6648 : 2000 (ISO 11465).

Làm tròn kết quả đến hai chữ số sau dấu phẩy.

9 Độ lặp lại

Độ lặp lại của phép xác định hàm lượng nitơ tổng số thu được từ hai phép thử liên tục phải thoả mãn các điều kiện nêu trong bảng 1.

Bảng 1 – Độ lặp lại

Hàm lượng nitơ tổng số mg/g	Sai số có thể chấp nhận được
≤ 2,0	10% tương đối
> 2,0	5% tương đối

10 Báo cáo kết quả

Báo cáo kết quả phải gồm thông tin sau :

- a) theo tiêu chuẩn này;
- b) tất cả các thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu thử;
- c) các kết quả của việc xác định, tính bằng miligam nitơ trên gam mẫu;
- d) 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

Các số liệu về độ lặp lại và độ tái lập được tính theo ISO 5725-2 [1] thu được từ hai kết quả thử liên phòng thí nghiệm thực hiện năm 1992 (các mẫu số 2 và số 3) và năm 1993 (mẫu số 1) gồm 12 và 11 phòng thí nghiệm tham gia ở Đức. Các phòng thí nghiệm này sử dụng các thiết bị của các nhà sản xuất khác nhau. Thu được các số liệu chính xác như trong bảng A.1.

Sự khác nhau về hàm lượng nitơ thu được theo phương pháp đốt khô và phương pháp phân huỷ mẫu ướt theo ISO 11261 (xem [2] phụ lục B) được tiến hành đồng thời, theo thống kê là không đáng kể.

Bảng A.1 – Các số liệu về độ chính xác của phương pháp đề nghị

Mẫu số	Hàm lượng N, m (mg/g)	Độ lệch chuẩn của độ lặp lại, s_r mg/g	Độ lặp lại r mg/g	Độ lệch chuẩn của độ tái lập s_R mg/g	Độ tái lập R mg/g
1	1,457	0,067	0,188	0,205	0,574
2*	2,054	0,073	0,204	0,333	0,932
3*	11,16	0,334	0,935	0,982	2,750

* Một phòng thí nghiệm không đạt do các giá trị thu được có sự biến thiên lớn.

Phụ lục B

(tham khảo)

Tài liệu tham khảo

- [1] ISO 5725-2 : 1994 Độ chính xác của các phương pháp đo và kết quả – Phần 2 : Phương pháp cơ bản để xác định độ lặp lại và độ tái lập của phương pháp đo chuẩn.
- [2] ISO 11261 : 1995 Chất lượng đất – Xác định nitơ tổng số – Phương pháp Kjeldahl cải tiến.
- [3] Dumas J.B.A Qui trình phân tích chất hữu cơ. Ann.Chim.Phys., 247, 1831, trang 198 - 213.
-