

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

Nhóm N

ĐẤT TRỒNG TRỌT	TCVN 5255-90
Phương pháp xác định hàm lượng	
Nitơ dễ tiêu	Khuyến khích
Cultivated soil	áp dụng
Determination of available	
nitrogen	

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định nitơ dễ tiêu của đất trồng trọt bằng phương pháp chưng cất.

1. Nguyên tắc

Dùng dung dịch kali clorua 1N để rút các dạng nitơ dễ tiêu của đất, khử nitrat bằng hồ hợp Devarda và sau đó chưng cất dịch với magie oxit trong bộ cất micro Kendan. Hấp phụ amoniac bằng dung dịch axit boric và xác định bằng hàm lượng nitơ bằng cách chuẩn độ với các dung dịch tiêu chuẩn axit clohydric hoặc axit sunfuric.

2. Dụng cụ và hóa chất

2.1. Dụng cụ

- Cân phân tích có sai số không quá 0,0001g
- Cân kỹ thuật có sai số không quá 0,1g
- Bộ cất nitơ micro Kendan
- Phễu lọc $\varnothing = 8 - 10$ cm
- Bình tam giác dung tích 100, 250cm³
- Pipet bầu 20cm³ sai số không quá 0,1cm³
- Buret 25cm³ hoặc 50cm³ sai số không quá 0,1cm³
- Máy lắc
- Bình hút âm
- Bình định mức 1dm³
- Cột lọc ionit.

2.2. Hóa chất

- Kali clorua TKPT
- Magie oxit TKPT
- Axit boric TKPT
- Bột kẽm TKPT
- Bột nhôm TKPT
- Bột đồng TKPT
- Các ống tiêu chuẩn axit clohydric hoặc axit sunfuric
- Các chỉ thị màu: Phenolftalein metyl đỏ ; bromôcresol xanh
- Nước cất không có nitơ.

2.3. Các dung dịch, thuốc thử :

2.3.1. Dung dịch kali clorua 1N: cân bằng cân kỹ thuật 74g kali clorua pha thành 1dm³ bằng nước cất không có nitơ .

2.3.2. Chỉ thị màu phenolftalêin: cân 0,1g phenolftalêin pha thành 100ml bằng etanol 70%.

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

- Cân 0,66g metyl đỏ pha thành 100cm³; với etanol 95%
- Cân 0,99g bromôcresol xanh pha thành 100cm³; với etanol 95%.
- Trộn 2 dung dịch chỉ thị màu theo tỷ lệ 1 : 1 thể tích.

2.3.4. Dung dịch axit boric 2%: cân bằng cân kỹ thuật 20g axit boric cho vào cốc đã đựng sẵn 700cm³ nước nóng không có nitơ dạng amôn (NH₄⁺). Khuấy cho tan hết và để nguội; chuyển qua bình định mức 1000cm³ đựng sẵn 200cm³ etanol và 20cm³ 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 tía.

Pha thêm nước cất không có amon cho đến vạch định mức Lắc đều và chuyển qua đựng trong bình kín có màu.

2.3.5. 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.

2.3.6 Bột magie oxit: nung bột magie oxit trong lò nung ở 600 - 700°C khoảng 2 giờ. Bảo quản trong bình hút ẩm.

2.3.7. Dung dịch tiêu chuẩn axit clohydric 0,01N hoặc axit sunfuric 0,01N: pha từ các ống tiêu chuẩn bằng nước cất không có amon trong bình định mức 1dm³.

2.3.8. Nước cất không có nitơ: lọc nước cất qua các cột ionit.

3. Chuẩn bị thử

Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu theo TCVN 4046-85; TCVN 4047-85.

4. Tiến hành thử

4.1. Rút dịch: cân bằng cân kỹ thuật 20,0g mẫu đất cho vào bình tam giác có dung tích 250cm³, rót vào 40cm³ dung dịch kali clorua 1N. Lắc 1 giờ và lọc.

4.2. Cất nitơ :

4.2.1. Lắp bộ cất nitơ micro Kendan; đuôi ống ngưng lạnh đựng trong 20cm³ dung dịch axit boric 2% đựng trong bình tam giác dung tích 100cm³.

4.2.2. Cất nitơ dạng amon

Trang 4/5 TCVN 5255-90

- Dùng pipét hút $20,0\text{cm}^3$ dịch lọc cho vào bình cất nito.
- Thêm khoảng 20cm^3 nước cất và vài giọt phenolftalêin
- Thêm khoảng $0,5\text{g}$ bột magie axít rồi khóa kín thiết bị cất.
- Chảy nước qua ống ngưng lạnh và đun bình cất nito. Thời gian cất khoảng 5 phút kể từ khi sôi dịch.
- Sau khi cất hết amôniac (có thể thử bằng giấy tím thuốc thử Nettle trên luồng hơi ở cuối ống ngưng lạnh) thì ngừng cất và chuẩn độ lượng N qua lượng amon borat được tạo thành trong axit boric bằng dung dịch tiêu chuẩn axit clohydric $0,01\text{N}$ hoặc axit sunfuric $0,01\text{N}$ cho đến khi màu chuyển từ xanh sang hơi đỏ tía.

4.2.3. Cất nito 2 dạng amôn và nitrat :

Tiến hành như 4.2.2. nhưng ở bước 3 đồng thời thêm $0,5\text{g}$ bột magie oxít có thêm $0,2\text{g}$ hỗn hợp Devarda.

4.2.4. Cất riêng nito dạng amôn nitrat :

Nito dạng nitrat có thể tính được là hiệu của nito 2 dạng amon + nitrat với nito dạng amôn. Cũng có thể cất riêng tiến hành như 4.2.2. Nhưng sau khi cất hết nito dạng amon thì thay bình tam giác đựng 20cm^3 axit boric khác và thêm $0,2\text{g}$ hỗn hợp Devarda vào bình cất và tiếp tục đun bình cất cho đến khi hết amôniac. Chuẩn độ nito qua lượng amon borat tạo thành trong axit boric bằng các dung dịch tiêu chuẩn axit clohydric $0,01\text{N}$ hoặc axit sunfuric $0,01\text{N}$.

4.2.5. Cất mẫu trắng

Tiến hành cất mẫu trắng như 4.2.3. , thay $20,0\text{cm}^3$ dịch lọc đất bằng $20,0\text{cm}^3$ dung dịch kali clorua 1N .

5. Tính kết quả

5.1. Tính hàm lượng nitơ dễ tiêu của đất bằng X mg/100g đất theo công thức :

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

Trong đó :

- X : hàm lượng N dễ tiêu trong đất (mg/100g)
- V : thể tích dung dịch axit clohydric hoặc axit sunfuric tiêu chuẩn đã dùng khi chuẩn độ dịch lọc đất (ml) ;
- V_0 : thể tích dung dịch axit clohydric hoặc axit sunfuric tiêu chuẩn đã dùng khi chuẩn độ mẫu trắng (cm³) ;
- N : nồng độ đương lượng của axit clohydric hoặc axit sunfuric tiêu chuẩn ;
- G : khối lượng đất ứng với dịch lọc đã cất (g) ;
- K : hệ số khô tuyệt đối của đất ;
- 14 : đương lượng gam của N ;
- 100 : hệ số quy về 100g đất .

5.2. Kết quả là trung bình cộng của 3 lần xác định có sai lệch giá trị không vượt quá 15%.

6. Các yếu tố cần trở cần chú ý

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

Cho vào bình cất 20,0 cm³ dung dịch amon clorua hoặc amôn sunfat có nồng độ 0,05 N/cm³ và sau đó cho 20,0 cm³ natri hydroxit 40% rồi chung cho đến khi hết amoniac.

Chuẩn độ lượng N hấp thụ trong bình hứng dung axit

Trang 6/6 TCVN 5255-90

boric. Nếu bộ cát đạm tốt thì phải chuẩn độ hết 7,10-7,15cm³ dung dịch axit sunfuric 0,01N hoặc dung dịch axit clohydric 0,01N.

6.2. Phòng chuẩn bị mẫu chuẩn bị dịch và chung cát không được có khí amôniac.

6.3. Nước cất sử dụng tuyệt đối không được có nito , cần lọc qua cột ionit.

6.4. Bắt buộc phải tiến hành cất mẫu trắng với mỗi lần xác định.
