CỘNG HÒA XÃ HỘI CHỦ NGHĨA VIỆT NAM

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

ĐẤT TRỒNG TRỌT

PHƯƠNG PHÁP THỬ

TCVN 4401 — 87 ÷ TCVN 4406 — 87

HÀ NỘI

ĐẤT TRỒNG TRỌT

Phương pháp xác định pH_{KCL}

Почва
Методы определения
PHkcl

Soil
Methoes for the determination of pH_{KCl}

TCVN
4401 – 87

Có hiệu lực
từ 1-7-1988

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định pH của dịch rút tinh từ đất bằng dung dịch Kaliclorua cho các loại đất trồng trọt.

1. LẤY MẪU VÀ CHUẨN BỊ MẪU

Theo TCVN 4046 – 85 và TCVN 4047 – 85

2. PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH

2 1. Phương pháp xác định bằng pH mét (phương pháp trọng tài).

2.1.1. Nguyên tắc: tác động đất với dung dịch kaliclorua 1N đo pH của dịch rút được bằng pH mét.

2.1.2 Thiết bị và hóa chất

– pH mét điện cực thủy tinh chính xác đến 0.1pH;
– Cân phân tích có độ chính xác đến 0,001g;
– Cân kỹ thuật có độ chính xác đến 0,1g;
– Cốc có dung tích 100; 150ml;
– Bình định mức có dung tích 250; 1000ml;
– Máy khuấy hoặc lắc;
– Kaliclorua, TK.PT;
– Axit clohyđric. TK.PT;
– Kalitactrat axit, TK.PT;
– Kali phtalat, TK.PT;
– Kali đihyđro photphat, TK.PT;
– Natri monohydro photphat, TK.PT;
– Natri tetraborat, TK.PT;
– Nước cất không có cacbon đioxit;

2.1.3. Chuẩn bị xác định

2.1.3.1 Chuẩn bị dung dịch KCl 1N

Cân 75 g kali clorua bằng cân kỹ thuật, hòa tan bằng nước cất và lên thể tích đến vạch 1 lít. Dung dịch thu được phải có độ pH từ 5,6 đến 6,0. Nếu pH nhỏ hơn 5,6 cần tăng độ pH bằng cách thêm dung dịch kalihydroxit 10%; nếu pH lớn hơn 6,0 cần thêm dung dịch axitclohydric 10% cho đến khi pH của dung dịch đạt yêu cầu thích hợp.

2.1.3.2. Chuẩn bị các dung dịch đệm để kiểm tra pH mét.

Có nhiều công thức pha dung dịch đệm để kiểm tra pH mét. Sau đây quy định một số công thức thường dùng có trị số pH phụ thuộc nhiệt độ theo bảng 1:

Bảng 1

Nhiệt độ (°C)	$KHC_4H_4O_6$ bão hòa (dung dịch 1)	$KC_8H_5O_4$ 0,05 M (dung dịch 2)	Hỗn hợp KH_2PO_4 Na_2HPO_4 (dung dịch 3)	$Na_2B_4O_7$ 0,01 M (dung dịch 4)
15	–	4,00	6,90	9,27
20	–	4,00	6,88	9,22
25	3,56	4,01	6,86	9,18
30	3,55	4,01	6,87	9,14

– Chuẩn bị dung dịch (1) kali axit tactrat $KHC_4H_4O_6$ bão hòa: cân khoảng 6g $KHC_4H_4O_6$ pha thành 1 lít với nước cất.

– Chuẩn bị dung dịch (2) kali axit ftalat 0,05M: cân 10,21g kali axit phtalat đã được sấy khô trước ở nhiệt độ 110°C pha thành 1 lít với nước cất.

– Chuẩn bị dung dịch (3): hỗn hợp 1: 1 của hai dung dịch kali đihydro photphat (KH_2PO_4) 0,025M và natri monohydro photphat (Na_2HPO_4) 0,025M.

Cân 3,40g kali đihydrophotphat đã được sấy khô trước ở 110°C pha thành 1l với nước cất (dung dịch 3a).

Cân 3,55 g natri monohydrophotphat đã được sấy khô trước ở 120°C pha thành 1l với nước cất (dung dịch 3b),

Trộn dung dịch 3a và 3b theo tỷ lệ 1 : 1 về thể tích.

– Chuẩn bị dung dịch(4) natri tetraborat ($Na_2B_4O_7 10H_2O$) 0,01M.

Cân 3,8g natri tetraborat đã được để lâu trong bình hút ẩm chứa dung dịch natriclorua và đường bão hòa – hòa tan trong nước cất đun nóng. Để nguội đến nhiệt độ trong phòng và lên thể tích đến 1l bằng nước cất.

Các dung dịch đựng trong bình polietylen hoặc bình thủy tinh có tráng parafin. Thời gian sử dụng trong vòng 2 tháng.

2.1.4. Tiến hành xác định:

Trước khi xác định, tiến hành kiểm tra và điều chỉnh pH mét bằng 3 dung dịch đệm có pH: 4,01; 6,86; 9,18.

Cân 10,0g đất khô không khí bằng cân kỹ thuật cho vào cốc có dung tích 100 – 150ml, thêm 25ml dung dịch kaliclorua 1N khuấy 1 phút hoặc lắc 5 phút. Sau đó để yên 18–20 giờ cho lắng trong. Đo độ pH của dịch rút bằng pH mét điện cực thủy tinh. Đọc trị số pH trên pH mét sau khi kim điện kế ổn định từ 30 giây đến 1 phút.

Trong quá trình đo liên tục nhiều dịch rút cần thường xuyên kiểm tra và điều chỉnh pH mét bằng dung dịch đệm có pH=6,86.

2.2 Phương pháp xác định pH bằng cách dùng chỉ thị màu hỗn hợp Aliamopski.

2.2.1 Nguyên tắc của phương pháp:

Tác động đất với dung dịch kali clorua 1N, sau đó xác định độ pH của dịch rút bằng cách cho hỗn hợp chỉ thị màu pH vào dịch rút và so màu với dãy màu tiêu chuẩn gồm các dịch có độ pH xác định.

2.2.2. Thiết bị và hóa chất

– Cân phân tích có độ chính xác 0,001g;
– Cân kỹ thuật có độ chính xác 0,1g;
– Máy khuấy hoặc lắc;
– Cốc có dung tích 100 hoặc 150ml;
– Pipet có vạch chia 0,01; 0,1ml;

— Buret 50ml có vạch chia 0,1ml;
— Bình định mức, dung tích 200; 1000ml;
— Cốc sứ, đường kính miệng 8cm và chày sứ;
— Ống nghiệm, đường kính 1cm và ống thủy tinh cùng cỡ;
— Kaliclorua, TK.PT;
— Natri hyđroxyt, TK.PT;
— Axit clohyđric, TK,PT;
— Axit clohyđric hoặc axit sunfuric, dung dịch chuẩn;
— Kali dihyđrophotphat, TK.PT;
— Kali phtalat axit, TK.PT:
— Coban clorua, TK.PT;
— Sắt clorua (hóa trị 3), TK.PT;
— Đồng clorua, TK.PT;
— Đồng sunfat, TK.PT;
— Metyl đỏ, chỉ thị màu;
— Metyl da cam, chỉ thị màu;
— Bromtimol xanh, chỉ thị màu;
— Etanol, TK;
— Nước cất không có cacbon đioxit.

2.2.3. Chuẩn bị xác định

2.2.3.1. Chuẩn bị dung dịch kali clorua 1N

Theo 2.1.3.1.

2,2.3.2. Chuẩn bị dãy màu tiêu chuẩn thật

2.2.3.2.1. Chuẩn bị dãy dung dịch đệm có độ pH tiêu chuẩn từ 2,2 — 7,8.

Có nhiều cách pha các dung dịch đệm có độ pH xác định. Sau đây qui định một cách pha thường dùng có độ pH từ 2,2 đến 7,8 (bảng 2).

— Chuẩn bị dung dịch axitclohyđric 0,1N từ dung dịch chuẩn với nước cất không có cacbon đioxit.

— Chuẩn bị dung dịch kali phtalat axit 0,1M: cân 20,42g kali phtalat axit đã được sấy khô trước ở nhiệt độ 110^{0}C, pha thành 1l với nước cất.

— Chuẩn bị dung dịch natri hyđroxit 0,1N: cân nhanh bằng cân kỹ thuật khoảng 4,1g natri hyđroxit hòa tan bằng nước cất không có cacbon đioxit đến 1l.

ml

Bảng 2

pH	HCl 0,1 N	$KHC_8H_4O_4$ 0,1 M	NaOH 0,1 N	KH_2PO_4 0,1 M	H_2O
2,2	93,20	100	—	—	6,80
2,4	79,20	100	—	—	20,80
2,6	66,00	100	—	—	34,00
2,8	53,00	100	—	—	47,00
3,0	40,80	100	—	—	59,20
3,2	29,60	100	—	—	70,40
3,4	19,90	100	—	—	80,10
3,6	12,0	100	—	—	88,00
3,8	5,30	100	—	—	94,70
4,0	—	100	0,80	—	99,20
4,2	—	100	7,40	—	92,60
4,4	—	100	15,00	—	85,00
4,6	—	100	24,30	—	75,70
4,8	—	100	35,40	—	64,60
5,0	—	100	47,70	—	52,30
5,2	—	100	59,90	—	40,10
5,4	—	100	70,90	—	29,10
5,6	—	100	79,70	—	20,30
5,8	—	100	86,00	—	14,00
6,0	—	100	90,90	—	9,10
6,2	—	100	94,00	—	6,00
6,4	—	—	25,20	100	74,80
6,6	—	—	35,60	100	64,40
6,8	—	—	47,30	100	52,70
7,0	—	—	59,26	100	40,74
7,2	—	—	70,00	100	30,00
7,4	—	—	79,00	100	21,00
7,6	—	—	85,60	100	14,40
7,8	—	—	90,40	100	9,60

Sau đó xác định nồng độ dung dịch natri hyđroxit bằng dung dịch chuẩn axit clohyđric 0.1N hoặc axit sunfuric 0,1N rồi điều chỉnh đến đúng nồng độ 0,1N.

— Chuẩn bị dung dịch kali đihiđrophotphat 0,1M: cân 13,61g kali đihyđrophotphat đã được sấy khô trước ở nhiệt độ 120°C pha thành 1l với nước cất.

2.2.3.2.2. Chuẩn bị chỉ thị màu

a) Đo pH có pH từ 4,0 đến 8,0, dùng hỗn hợp 2 chỉ thị màu:

0,1g metyl đỏ hòa vào 300 ml etanol, thêm 7,4 ml natri hyđroxít 0,05 N, thêm nước cất thành 1l (chỉ thị 1).

0,4g bromtimol xanh hòa vào 208 ml etanol, thêm 12,8 ml natri hyđroxit 0,05N, thêm nước cất thành 1l (chỉ thị 2)

Hỗn hợp 1 thể tích chỉ thị 1 với 2 thể tích chỉ thị 2, khuấy đều (dùng 0,6 ml dung dịch chỉ thị cho 10 ml dung dịch phân tích)

b) Đo pH từ 20 đến 40 cần sử dụng 2 chỉ thị sau:

— Timol xanh: đo pH từ 2,0 đến 2,8 (dùng 0,5 ml dung dịch chỉ thị cho 10 ml dung dịch phân tích)

0,1g timol xanh hòa vào 52ml etanol và thêm 3,4 ml natri hyđroxit 0,05N. Lên thể tích thành 250 ml bằng nước cất.

— Metyl da cam: đo pH từ 3,0 đến 4,0 (dùng 0,3 ml dung dịch chỉ thị cho 10 ml dung dịch phân tích).

0,1g metyl da cam hòa vào 25 ml nước cất. Lên thể tích thành 250 ml bằng nước cất.

2.2.3.2.3. Chuẩn bị dãy màu:

Lấy các ống nghiệm sạch, trong suốt, cùng cỡ và cùng độ dày của thủy tinh, ghi pH: 2,2; 2,4; 2,6; ...7,8. Lần lượt cho vào ống nghiệm các dung dịch đệm có trị số pH tương ứng.

Cho vào từ pH 2,2 đến 2,8 chỉ thị màu timol xanh, pH từ 3,0 đến 3,8 chỉ thị màu metin da cam và từ 4,0 đến 7,8 hỗn hợp chỉ thị màu metyl đỏ và bromtimol xanh. Lắc đều.

Dãy màu tiêu chuẩn thật có màu ổn định trong khoảng vài giờ.

2.2.3.3 Chuẩn bị dãy màu tiêu chuẩn giả.

Dãy màu tiêu chuẩn thật không bền màu, mỗi lần xác định phải chuẩn bị một dãy màu. Để có thể có một dãy màu tiêu chuẩn bền màu, có thể pha một hỗn hợp các chất vô cơ tạo thành

màu bên cho vào các ống thủy tinh trong suốt, cùng cỡ và cùng độ dày rồi hàn kín. Các dung dịch màu cơ bản gồm:

$CoCl_2 . 6H_2O$ (59,5 trong 1l HCl 1%) — màu đỏ

$FeCl_3 . 6H_2O$ (45,05g trong 1l HCl 1%) — màu vàng

$CuCl_2 . 2H_2O$ (400,0g trong 1l HCl 1%) — màu lục

$CuSO_4 . 5H_2O$ (200,0g trong 1l H_2SO_4 1%) — màu xanh

Dãy màu tiêu chuẩn giả dùng cho hỗn hợp chỉ thị Alimopski (bảng 3).

Bảng 3

pH	$CoCl_2$	$FeCl_3$	$CuCl_2$	$CuSO_4$	H_2O
4,0	9,60	0,30	—	—	0,10
4,2	9,15	0,45	—	—	0,40
4,4	8,05	0,65	—	—	1,30
4,6	7,25	0,90	—	—	1,85
4,8	6,05	1,50	—	—	2,45
5,0	5,25	2,80	—	—	1,95
5,2	3,85	4,00	—	—	2,15
5,4	2,60	4,70	—	—	2,70
5,6	1,65	5,55	—	—	2,80
5,8	1,35	5,85	0,05	—	2,75
6,0	1,30	5,50	0,25	—	2,85
6,2	1,40	5,50	0,25	—	2,85
6,4	1,10	5,00	0,10	—	3,20
6,6	1,40	4,20	0,70	—	3,70
6,8	1,90	3,05	1,00	0,40	3,65
7,0	1,90	2,50	1,05	1,15	3,40
7,2	2,10	1,80	1,75	1,10	3,25
7,4	2,20	1,60	1,80	1,90	2,50
7,6	2,20	1,10	2,25	2,20	2,20
7,8	2,20	1,05	2,20	3,10	1,45
8,0	2,20	1,00	3,10	4,00	0,70

Dãy màu tiêu chuẩn giả dùng cho chỉ thị timol xanh:

pH	2,0	2,2	2,4	2,6	2,8
$CoCl_2$ (ml):	3,2	2,2	1,9	1.6	1,3
$FeCl_3$ (ml):	0,8	1,8	2,2	2,7	3,0
H_2O (ml) :	6,0	6,0	5,9	5,7	5,7

Dãy màu tiêu chuẩn giả dùng cho chỉ thị metyl da cam:

pH	3,0	3,2	3,4	3,6	3,8	4,0	4,2	4,4
$CoCl_2$ (ml):	8,1	7,5	6,5	5,8	4,8	4,0	3,4	2,8
$FeCl_3$ (ml):	0,3	0,6	1,0	1,9	2,9	4,0	5,0	5,8
H_2O (ml) :	1,6	1,9	2,5	2,3	2,3	2,0	1.6	1,4

2.2.4. Tiến hành xác định:

Cân 10,0g đất khô không khí cho vào cốc có dung tích 100 hoặc 150 ml, rót vào đấy 25 ml dung dịch kaliclorua 1N. Khuấy 1 phút hay lắc 5 phút rồi để yên 18 – 20 giờ. Dùng ống hút lấy 2,5 ml dịch phân tích cho vào ống nghiệm của dãy tiêu chuẩn. Cho thêm chỉ thị màu (0,15 ml với chỉ thị màu hỗn hợp Alimopski nếu pH từ 4,0 đến 8,0). Lắc đều và so sánh màu với các ống trong dãy tiêu chuẩn. Cặp ống có cùng cường độ màu, sẽ có cùng độ pH.

2.2.5. Phương pháp xác định pH kiểu Alismopski có sai số tương đối lớn (lớn hơn $\pm$ 0,2 pH), và đặc biệt có sai số lớn đối với các loại đất có pH<4 như đất phèn,.. Phương pháp không xác định được các dịch rút có màu hoặc đục