



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		TCVN 4406 - 87
Phương pháp xác định tổng canxi và magiê trao đổi		
Почва	Soil	Có hiệu lực từ 1-7-1988
Метод определения обменной кальции и обменной магний	Method for determination of total of exchange calcium and magnesium	

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định tổng canxi và magiê trao đổi theo phương pháp chuẩn độ bằng trilon B.

1. LẤY MẪU VÀ CHUẨN BỊ MẪU

Theo TCVN 4046 — 85 và TCVN 4047 — 85

2. PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH

2.1. Nguyên tắc

Tác động đất với dung dịch kaliclorua 1N, xác định tổng canxi và magiê trong dung dịch rút được bằng cách dùng trilon B để chuẩn độ.

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;
- Bình tam giác, 200; 250 ml;
- Microburet có vạch chia 0,02 ml;
- Buret có vạch chia 0,1 ml;
- Phễu lọc, đường kính miệng 6 ÷ 10 cm;
- Giấy lọc mịn;
- Kali clorua, TK.P1;
- Trilon B, TK.PT;
- Cupran (natri N₁N—dietyl tiocacbonat) hoặc natri sunfua;
- Trietanol amin, TK.PT;

- Amon clorua, TK.PT;
- Canxi cacbonat, TK.PT;
- Axit clohydric, TK.PT;
- Chỉ thị màu: metyl timol xanh hoặc cromzen đen;
- Nước cất không có canxi và magiê.

2.3. Chuẩn bị xác định

2.3.1. Chuẩn bị dung dịch trilon B 0,05N

Theo TCVN 4405 - 87

2.3.2. Chuẩn bị dung dịch kali clorua 1N

Theo TCVN 4401 - 87

2.3.3. Chuẩn bị dung dịch đệm pH = 10

Cân bằng cân kỹ thuật 25g amonclorua pha bằng nước, rót vào 200 ml amon hydroxit 20% và pha với nước cất đến 1l. Dung dịch đệm để thay đổi pH khi bảo quản do mất NH_3 . Dung dịch pha được dùng ngay và kiểm tra độ pH trước khi dùng.

2.3.4. Chỉ thị màu metyl timol xanh: hỗn hợp khô với kali nitrat theo tỷ lệ 1:100 hoặc pha nồng độ 1% với nước.

- Cromzen đen: dùng dạng khô hoặc pha dung dịch 0,2g cromzen đen thành 100 ml.

2.4. Tiến hành xác định

Cân 40,0g đất bằng cân kỹ thuật cho vào bình tam giác có dung tích 200 - 250 ml. Thêm 100 ml kali clorua 1N và khuấy trong 1 phút hoặc lắc trong 5 phút, sau đó để yên 18 - 20 giờ rồi lọc hoặc lắc trong 50 - 60 phút rồi lọc ngay.

Hút 25,0 ml dung dịch lọc cho vào bình tam giác cỡ 200, 250ml, thêm nước cất đến 100 ml, thêm các chất che nếu cần rồi thêm 10 ml dung dịch đệm pH = 10. Lắc đều, thêm khoảng 30 mg hỗn hợp khô chất chỉ thị hoặc vài ba giọt dung dịch chỉ thị. Chuẩn độ chậm bằng dung dịch chuẩn trilon B cho đến khi đổi màu chỉ thị.

Với chỉ thị metiltimol xanh chuyển từ màu xanh biển sang tím xỉn.

Với chỉ thị cromzen đen chuyển từ màu tím mận sang xanh biển.

Đồng thời tiến hành chuẩn độ mẫu trắng.

2.5. Tính kết quả

Hàm lượng tổng số canxi và magiê trao đổi (X) biểu thị bằng số miligam đương lượng cation Ca^{2+} và Mg^{2+} (mgdl Ca^{2+} , Mg^{2+}) trong 100g đất theo công thức:

$$X = \frac{(V - V_0) \cdot N \cdot 250}{V_1}$$

trong đó:

V: thể tích trilon B tiêu thụ khi chuẩn với dung dịch rút, ml;

V_0 : thể tích trilon B tiêu thụ khi chuẩn với dung dịch mẫu trắng, ml;

N: Nồng độ đương lượng trilon B;

V_1 : thể tích dung dịch rút sử dụng để chuẩn độ, ml.

250: hệ số quy đổi ra 100g đất.

Hàm lượng magiê trao đổi là hiệu số giữa hàm lượng tổng canxi và magiê trao đổi với hàm lượng canxi trao đổi.

2.6. Những yếu tố cản trở và cách khắc phục

2.6.1. Môi trường để xác định tổng số canxi và magiê bằng trilon B cần đảm bảo nghiêm ngặt ở pH = 10: pH quá cao hay quá thấp đều gây khó khăn cho việc nhận ra điểm tương đương. Nhất thiết phải kiểm tra độ pH của dung dịch đệm và những dịch phân tích có độ axit cao cần trung hòa trước bằng dung dịch natri hydroxit để đảm bảo môi trường có pH = 10.

2.6.2. Loại bỏ các kim loại nặng như đồng, coban, sắt... bằng natri sunfua hoặc cupran, chúng sẽ kết tủa dưới dạng sunfua và lọc bỏ.

2.6.3. Loại bỏ mangan bằng hydroxit amin để khử mangan dioxit được tạo thành.

2.6.4. Sắt và nhôm trong dịch lọc ảnh hưởng đến quá trình xác định. Có thể loại bỏ bằng các phương pháp sau:

— Kết tủa chúng bằng amoniac: hút chính xác 50,00 ml dung dịch lọc cho vào cốc đun nóng rồi cho từ từ dung dịch amon hydroxit cho đến khi xuất hiện tủa hoàn toàn (pH của dung dịch khoảng 4,5 — metyl da cam chuyển màu vàng vừa thêm amon hydroxit vừa khuấy — để kết tủa lắng và lọc bằng phương pháp lọc gàu, trên giấy lọc mịn (lọc 2 lần) rửa nhiều lần và mỗi lần ít dung dịch amon nitrat nóng theo lối rửa gàu trên cốc rồi rót lên

giấy lọc. Phải rửa hết canxi cọng kết trong kết tủa (thử canxi ở nước rửa dưới phễu). Nước lọc không được đục, nếu đục do tủa các hydroxyt cần lọc lại. Cố gắng hạn chế thể tích nước lọc (kể cả nước rửa gom vào) dưới 200 ml.

Sau đó để nguội và lên thể tích 200 ml trong bình định mức. Lấy chính xác 100 ml, thêm các chất che như hydroxi amin, natri sunfua nếu cần, thêm 10 ml dung dịch đệm pH = 10, thêm chất chỉ thị rồi chuẩn độ bằng dung dịch chuẩn trilon B.

— Kết tủa chúng bằng urotropin: hút chính xác 50,00 ml dung dịch lọc cho vào cốc đun nóng cho từng giọt dung dịch natri hydroxit khoảng 10% đến xuất hiện tủa nhẹ, sau đó hòa tan tủa bằng vài giọt HCl đặc. Cho vào 10 ml urotropin 30% đun nhẹ đến 80°. Sau đó để lắng kết tủa theo lối gạn bằng dung dịch urotropin nóng (lọc 2 lần). Rửa nhiều lần và mỗi lần ít dung dịch rửa, đảm bảo sạch hết canxi và nước lọc không đục. Sau đó tiếp tục như phương pháp kết tủa bằng amoniac.

Che dấu các cation Al^{3+} , Fe^{3+} bằng trietanol amin: thêm 2 ml trietanol amin 1:4 với mỗi mẫu chuẩn độ. Phương pháp này cần chuẩn độ lạnh vì ở nhiệt độ cao (lớn hơn 15°) nhôm có thể chuyển từ tạo phức với chất che vào phức với chất chỉ thị. Phương pháp này chỉ sử dụng khi lượng sắt và nhôm không quá lớn.
