

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 4403 : 2011

CHẤT LƯỢNG ĐẤT - PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH ĐỘ CHUA TRAO ĐỔI VÀ NHÔM TRAO ĐỔI

Soil quality - Method for determination of exchangeable aluminium and acidity

Lời nói đầu

TCVN 4403 : 2011 thay thế TCVN 4403-85.

TCVN 4403 : 2011 được chuyển đổi từ 10 TCN 379 - 99 thành Tiêu chuẩn Quốc gia theo quy định tại khoản 1 Điều 69 của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật và điểm a khoản 1 Điều 6 Nghị định số 127/2007/NĐ-CP ngày 1/8/2007 của Chính phủ qui định chi tiết thi hành một số điều của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật.

TCVN 4403 : 2011 do Viện Quy hoạch và Thiết kế Nông nghiệp biên soạn, Bộ Nông nghiệp và Phát triển Nông thôn đề nghị, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

CHẤT LƯỢNG ĐẤT - PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH ĐỘ CHUA TRAO ĐỔI VÀ NHÔM TRAO ĐỔI

Soil quality - Method for determination of exchangeable aluminium and acidity

1. Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định trị số độ chua trao đổi và nhôm trao đổi của đất.

2. Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau đây là cần thiết để áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi, bổ sung (nếu có).

TCVN 7538-1 (ISO 10381-1) *Chất lượng đất - Lấy mẫu - Phần 1: Hướng dẫn thiết kế chương trình lấy mẫu.*

TCVN 6647 (ISO 11464), *Chất lượng đất - Xử lý sơ bộ đất để phân tích hóa lý.*

3. Nguyên lý

Dùng dung dịch kali clorua 1,0 mol/l (pH từ 5,8 đến 6,0) tác động vào đất. Xác định trị số độ chua trao đổi và nhôm trao đổi của đất bằng phương pháp chuẩn độ axit - bazơ

4. Hóa chất và thuốc thử

4.1. Hóa chất

Khi phân tích, ngoại trừ trường hợp có những chỉ dẫn riêng, chỉ dùng các thuốc thử tinh khiết phân tích và nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

4.1.1. Axit clohydric (HCl) 37%

4.1.2. Kali clorua (KCl)

4.1.3. Amôn hydroxyt (NH₄OH)

4.1.4. Natri florua (NaF)

4.1.5. Axit flohydric (HF)

4.2. Các dung dịch thuốc thử

4.2.1. Dung dịch kali clorua (KCl) 1 mol/l

Hòa tan 74,6 g kali clorua (4.1.2) vào khoảng 500 ml nước trong bình định mức dung tích 1000 ml, thêm nước đến khoảng 950 ml. Lắc đều, kiểm tra độ pH bằng pH met. Điều chỉnh dung dịch đến pH khoảng từ 5,8 đến 6,0 (dùng HCl 0,5 mol/l hoặc KOH 0,5 mol/l). Định mức 1000 bằng nước.

4.2.2. Dung dịch natri florua (NaF) 1 mol/l

Hòa tan 42 g NaF vào khoảng 500 ml nước trong bình định mức dung tích 1000 ml, thêm nước đến khoảng 950 ml. Lắc đều, kiểm tra độ pH bằng pH met. Điều chỉnh dung dịch đến pH khoảng từ 7,6 đến 7,8 (dùng HF 0,5 mol/l hoặc NaOH 0,5 mol/l). Định mức 1000 ml bằng nước. Có thể thêm từ hai đến ba giọt Phenolphthalein 0,1 %. Dung dịch pha cần có màu hồng nhạt. Dung dịch đựng trong bình nhựa.

4.2.3. Dung dịch axit clohydric (HCl) 0,1 mol/l (fixanal) có bán sẵn trên thị trường.

4.2.4. Dung dịch axit clohydric (HCl) 0,025 mol/l

Pha loãng 25 ml axit clohydric (HCl) 0,1 mol/l (4.2.3) và định mức 100 ml bằng nước.

4.2.5. Dung dịch natri hydroxit (NaOH) 0,1 mol/l (fixanal) có bán sẵn trên thị trường.

4.2.6. Dung dịch natri hydroxit (NaOH) 0,025 mol/l

Pha loãng 25 ml natri hydroxit (NaOH) 0,1 mol/l (4.2.5) và định mức 100 ml bằng nước.

4.2.7. Chỉ thị phenolphthalein 0,1 %

Hòa tan 0,1 g phenolphthalein trong 100 ml etanol 90 %.

4.2.8. Chỉ thị bromothymol xanh 0,05 %

Hòa tan 0,05 g bromothymol xanh trong 100 ml etanol 70 %.

4.2.9. Dung dịch nhôm 1000 mg/l có bán sẵn trên thị trường

4.2.10. Dung dịch nhôm 100 mg/l

Lấy 50 ml dung dịch nhôm (4.2.9) cho vào bình định mức dung tích 500 ml, thêm 5 ml axit clohydric (4.2.3), thêm nước cho đủ 500 ml.

4.2.11. Dung dịch nhôm nồng độ 10 mg/l; 25 mg/l; 50 mg/l

Lấy lần lượt 10 ml; 25 ml; 50 ml dung dịch nhôm (4.2.9) cho vào các bình định mức dung tích 100 ml, thêm nước đến 100 ml và lắc đều.

5. Thiết bị và dụng cụ

Sử dụng các dụng cụ thông thường trong phòng thí nghiệm và các thiết bị dụng cụ sau:

5.1. Cân phân tích có độ chính xác $\pm 0,0001$ g;

5.2. Cân kỹ thuật có độ chính xác $\pm 0,01$ g;

5.3. Máy lắc;

5.4. Buret dung tích 25 ml, 50 ml;

5.5. Bình tam giác dung tích 100 ml, 250 ml;

5.6. Bình định mức dung tích 50 ml, 1000 ml;

5.7. Phễu lọc có đường kính từ 5 cm đến 10 cm;

5.8. Pipet dung tích 1 ml, 2 ml, 5 ml, 10 ml;

5.9. Cốc chịu nhiệt dung tích 500 ml, 1000 ml,

5.10. Giấy lọc chảy chậm.

6. Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu

Lấy mẫu đất đại diện theo TCVN 7538 -1 (ISO 10381 - 1).

Xử lý sơ bộ mẫu đất theo TCVN 6647 (ISO 11464).

7. Cách tiến hành

7.1. Chiết mẫu

Cân khoảng 10,0 g (với độ chính xác 0,01 g) đất cho vào phễu đã có giấy lọc, bình định mức dung tích 100 ml hứng dưới phễu. Chuẩn bị đồng thời mẫu lập và mẫu trắng.

Chiết liên tục 10 lần, mỗi lần dùng 10 ml dung dịch kali clorua (4.2.1) trong khoảng 15 min, sao cho tổng thời gian chiết khoảng 150 min.

Sau khi chiết xong phần sau cùng, bỏ phễu và định mức đến 100 ml bằng dung dịch kali clorua (4.2.1). Lắc đều dung dịch.

7.2. Xác định độ chua trao đổi

Dùng pipet lấy 25 ml dịch chiết (7.1) cho vào bình tam giác dung tích 250 ml.

Thêm từ 3 đến 5 giọt chỉ thị màu phenolphthalein 0,1 % (4.2.7).

Chuẩn độ bằng dung dịch natri hydroxit (4.2.6) đến khi dung dịch chuyển màu hồng bền trong 1 min. Tiến hành đồng thời với mẫu trắng dùng 25 ml dung dịch kali clorua (4.2.1).

CHÚ THÍCH:

Những loại đất có $\text{pH}_{\text{KCl}} < 4$, giàu Al^{3+} , Fe di động khi chuẩn độ gần tới điểm tương đương có thể tạo kết tủa sẫm màu, ảnh hưởng đến sự nhận biết điểm tương đương. Khi đó, có thể khắc phục bằng cách:

Pha loãng dung dịch, vừa chuẩn độ vừa lắc mạnh, thỉnh thoảng lại thêm vài giọt chỉ thị màu; hoặc

Thay chỉ thị màu: có thể dùng chỉ thị màu bromothymol xanh 0,05 % có màu chuyển từ màu vàng sang xanh nước biển trong khoảng pH từ 6,0 đến 7,6; hoặc

Dùng máy chuẩn độ tự động, đặt pH điểm cuối chuẩn độ tại 7,6.

7.3. Xác định nhôm trao đổi

7.3.1 Xác định nhôm trao đổi trong cùng dịch chiết sau khi chuẩn độ xác định độ chua trao đổi

Dung dịch sau khi chuẩn độ xác định độ chua trao đổi theo 7.2 được sử dụng để xác định nhôm trao đổi theo phương pháp chuẩn độ trung hòa như sau:

Thêm 10 ml dung dịch natri florua (4.2.2). Lắc đều mẫu. Đun nóng đến 70°C.

Chuẩn độ bằng dung dịch axit clohydric (4.2.4) cho đến khi hết màu hồng (với chỉ thị màu phenolphthalein) hoặc hết màu xanh biển (với chỉ thị màu bromothymol xanh).

7.3.2. Xác định nhôm trao đổi bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử

Pha loãng 1:1 dung dịch chiết (7.1) bằng dung dịch kali clorua (4.2.1). Đo hàm lượng nhôm trên máy quang phổ hấp thụ nguyên tử tại bước sóng 309,3 nm, sử dụng ngọn lửa nito dioxyt/axetylen.

8. Tính kết quả

Độ chua trao đổi (cmol/kg đất) được tính theo Công thức (1):

$$\text{Độ chua trao đổi (cmol/kg đất)} = \frac{(a - b) \times c \times V_0 \times 100 \times k}{m \times V} \quad (1)$$

Trong đó

- a là thể tích dung dịch chuẩn natri hydroxit chuẩn độ dung dịch mẫu, tính bằng mililit (ml);
- b là thể tích dung dịch chuẩn natri hydroxit chuẩn độ dung dịch mẫu trắng, tính bằng mililit (ml);
- c là nồng độ mol dung dịch chuẩn natri hydroxit, tính bằng mol trên lít (mol/l);
- V_0 là toàn bộ thể tích dung dịch trao đổi, tính bằng mililit (ml);
- V là thể tích dung dịch lấy để chuẩn độ, tính bằng mililit (ml);
- m là khối lượng mẫu đất, tính bằng gam (g);
- k là hệ số quy về đất khô kiệt.

Nhôm trao đổi trong đất (cmol/kg đất) xác định bằng chuẩn độ được tính theo Công thức (2):

$$\text{Nhôm trao đổi trong đất (cmol/kg đất)} = \frac{(a - b) \times c \times V_0 \times 100 \times k}{m \times V} \quad (2)$$

Trong đó

- a là thể tích dung dịch axit clohydric chuẩn độ dung dịch mẫu, tính bằng mililit (ml);
- b là thể tích dung dịch axit clohydric chuẩn độ mẫu trắng, tính bằng mililit (ml);
- c là nồng độ mol dung dịch axit clohydric, tính bằng mol trên lít (mol/l);
- V_0 là toàn bộ thể tích dung dịch trao đổi, tính bằng mililit (ml);
- V là thể tích dung dịch lấy để chuẩn độ, tính bằng mililit (ml);
- m là khối lượng mẫu đất, tính bằng gam (g);
- k là hệ số quy về đất khô kiệt.

Hàm lượng nhôm trao đổi (cmol/kg đất) xác định bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử được tính theo Công thức (3):

$$\text{Nhôm trao đổi (cmol/kg đất)} = \frac{(a - b) \times 2 \times 100 \times k}{m \times 9 \times 10} = \frac{(a - b) \times 2,22 \times k}{m} \quad (3)$$

Trong đó

- a là nồng độ nhôm trong dung dịch pha loãng mẫu 1:1, tính bằng miligam trên lít (mg/l);
- b là nồng độ nhôm trong dung dịch pha loãng mẫu trắng 1:1, tính bằng miligam trên lít (mg/l);
- 9 là đương lượng gam của nhôm;
- 10 là hệ số điều chỉnh;
- m là khối lượng mẫu đất, tính bằng gam (g);
- k là hệ số quy về đất khô kiệt.

9. Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm cần bao gồm những thông tin sau:

- a) Viện dẫn tiêu chuẩn này.
- b) Nhận dạng đầy đủ mẫu.
- c) Kết quả phép xác định độ chua trao đổi và nhôm trao đổi.
- d) Mọi chi tiết không quy định trong tiêu chuẩn này, hoặc là tự chọn, cũng như mọi yếu tố có thể ảnh hưởng đến kết quả thử nghiệm.