ĐẤT TRỒNG TRỌT **Phương pháp xác định tổng số nitơ**		**TCVN 4051—85**
Почва. Метод определения валового азота	Soil. Method for the detemination of total nitrogen	**Có hiệu lực từ 1-7-1986**

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định tổng số nitơ của đất trồng theo phương pháp kendan.

1. LẤY MẪU VÀ CHUẨN BỊ MẪU

Theo TCVN 4046 – 85 và TCVN 4047 – 85

2. DỤNG CỤ VÀ HÓA CHẤT

Cân phân tích có sai số không lớn hơn 0,001 g;

Cân kỹ thuật;

Bình kendan có dung tích 100ml;

Bình tam giác có dung tích 100 ml;

Bình định mức có dung tích 1000 ml sai số không lớn hơn 0,5 ml;

Buret dung tích 25 ml sai số không lớn hơn 0,1 ml;

Pipet thẳng có vạch 10 ml sai số không lớn hơn 0,1 ml;

Bộ cất NH_3 (cất đạm) loại trung bình;

Bếp điện có lưới amiăng hoặc bếp điện bọc;

H_2SO_4 0,1N hoặc HCl 0,1N phichxanan;

H_2SO_4 đậm đặc có khối lượng riêng 1,84g/ml;

Axit boric tinh khiết để phân tích;

K_2SO_4 tinh khiết để phân tích;

Se tinh khiết;

NaOH hoặc KOH tinh khiết;
Bromo cresol xanh – chỉ thị màu;
Metyl đỏ chỉ thị màu;
Etanol 95%;
Giấy quỳ tím.

3. NỘI DUNG CỦA PHƯƠNG PHÁP

Dựa theo phương pháp ken đan công phá các dạng nitơ trong hợp chất hữu cơ của đất bằng H_2SO_4 đậm đặc (có K_2SO_4 làm tăng nhiệt độ và Se làm chất xúc tác) $(NH_4)_2SO_4$ tạo thành được tác dụng với KOH hoặc NaOH đậm đặc trong bình cất NH_3 bay ra được hấp thụ bằng dung dịch axit boric. Chuẩn độ muối amon borát tạo thành bằng dung dịch chuẩn H_2SO_4 hoặc HCl, qua đó tính được hàm lượng nitơ.

4. CHUẨN BỊ XÁC ĐỊNH

4.1. Chuẩn bị axit sunfuric đậm đặc, khối lượng riêng 1,84g/ml axit sunfuric không được có chứa muối amôn.

Cách thử: lấy 2 ml axit sunfuric đậm đặc hòa tan vào 30 ml nước cất không có NH_4^+. Sau đó trung hòa bằng dung dịch KOH hoặc NaOH 10%. Thử bằng 10 — 15 giọt thuốc thử netle. Dung dịch chỉ được có màu vàng nhạt, không được có màu đỏ nâu hoặc kết tủa.

4.2. Chuẩn bị thuốc thử netle

Đổ dung dịch $HgCl_2$ bão hòa lạnh vào dung dịch 13g KI trong 25 ml nước, khuấy liên tục cho đến khi xuất hiện một ít vẩn đục. Lọc bỏ vẩn đục đó và thêm dung dịch kali hydroxit (35g KOH trong 150 ml nước, để yên và gạt lấy phần trong) sau khi pha thêm dung dịch KOH, dùng nước pha loãng dung dịch đến 250ml, trộn và thêm từng giọt dung dịch bão hòa $HgCl_2$, vừa khuấy liên tục cho đến khi kết tủa màu vàng nhạt xuất hiện rõ và không mất đi. Để lắng và gạn lấy phần trong bảo quản trong các lọ màu, nơi lạnh. Thuốc thử netle không bền, dễ bị phân hủy ngoài ánh sáng.

4.3. Chuẩn bị hỗn hợp K_2SO_4 và selen:

Nghiền nhỏ riêng từng loại. Trộn đều K_2SO_4 và Se theo tỷ lệ 100 : 1 về khối lượng.

4.4. Chuẩn bị dung dịch NaOH hoặc KOH 40%.

Cân nhanh bằng cân kỹ thuật 400 g NaOH, hoặc KOH hòa tan vào 600 ml nước cất (cẩn thận) khuấy cho tan hết và để lắng qua đêm. Gạn lấy phần trong đựng trong bình nút cao su có bộ phận chứa vôi tôi – xút chống CO_2 của không khí xâm nhập.

4.5. Chuẩn bị vôi tôi – xút. Hòa tan 135 g NaOH vào 600 ml nước trong một bát sứ lớn và cho ngay 1 kg CaO mới nung vào. Cẩn thận rót thêm dung dịch 65 g NaOH trong 300 ml nước vào. Chất đồng nhất sau khi làm lạnh được đập thành mẫu có đường kính 7—10 mm và sàng cho hết bụi. Bảo quản trong các bình đậy nút tráng parafin.

4.6. Chuẩn bị dung dịch chuẩn H_2SO_4 hoặc HCl 0,01 – 0,05 N từ phichxanan.

4.7. Chuẩn bị hỗn hợp chỉ thị màu. Trộn 2 thể tích bằng nhau ở dung dịch metyl đỏ 0,66% và dung dịch brômô crêsôl xanh 0,99% trong etanôl 95%.

4.8. Chuẩn bị dung dịch axit boric: cân bằng cân kỹ thuật 20 g axit boric hòa tan bằng nước cất đến 1 lít.

4.9. Chuẩn bị nước cất không có NH_4^+.

Nước cất dùng cho phân tích tổng số N không được có chứa NH_4^+. Cho vào nước cất 1 l dung dịch Na_2CO_3 cho đến khi nước có môi trường kiềm yếu (thử với phenoltalêin).

Đun sôi cho đến khi còn 1/4 thể tích.

Có thể lọc qua cột lọc nước chứa cationit.

Kiểm tra nước cất bằng thuốc thử nettle, chỉ được có màu vàng nhạt, không được có màu đỏ nâu hoặc kết tủa.

5. TIẾN HÀNH XÁC ĐỊNH

5.1. Công phá đất:

Cân chính xác bằng cân phân tích có sai số không lớn hơn 0,001 g, 1 g đất đã được chuẩn bị theo TCVN 4047 — 85. Cho vào

tận đáy bình kenđan có dung tích 100 ml. Thêm khoảng 5g hỗn hợp K_2SO_4 và Se. Lắc trộn đều đất và hỗn hợp xúc tác. Thêm một ít giọt nước để thấm đều khối đất. Cho khoảng 5 ml H_2SO_4 đậm đặc và đun trên bếp điện cho đến khi đất và dung dịch hoàn toàn trắng. Để nguội và thêm khoảng 15 ml nước cất.

5.2. Cất NH_3:

5.2.1. Lắp bộ cất NH_3 (cất đạm). Bộ cất đạm cần đặt yêu cầu tuyệt đối kín, không được thoát NH_3 ra ngoài.

5.2.2. Hứng dưới ống sinh hàn của bộ cất NH_3 là dung dịch axit boric.

Dùng bình tam giác có dung tích 250 ml, trong đó đựng khoảng 10 – 20 ml dung dịch axit boric có 2 – 3 giọt chỉ thị màu hỗn hợp metyl đỏ và bromocreson xanh. Đuôi ống sinh hàn dúng trong dung dịch axit boric.

5.2.3. Chuyển toàn bộ đất và dung dịch sau khi công phá vào bình cất NH_3. Tráng bình kenđan nhiều lần mỗi lần bằng một lượng nước cất không nhiều. Tất cả nước tráng đều dồn vào bình cất NH_3

5.2.4. Cho nhanh vào bình chất NH_3 một thể tích dung dịch KOH hoặc NaOH 40% gấp 4 lần hoặc nhiều hơn 4 lần số mililit axit sunfuric đậm đặc đã dùng để công phá. Nhanh chóng đề khóa kín bình tránh để NH_3 thoát ra. Đồng thời với việc cho kiềm để giải phóng NH_3 cần cho chảy nước qua ống sinh hàn của bộ cất NH_3.

Đun nhẹ bình cất amôniac cho đến khi không còn thoát NH_3 ở cuối ống sinh hành (thử bằng giấy có tẩm Netle đón luồng hơi sau đuôi ống sinh hàn).

Sau khi đun hết NH_3, rữa đuôi ống sinh hàn và đồ nước rửa vào bình tam giác.

5.3. Chuẩn độ: chuẩn độ hàm lượng N bằng phản ứng của amon borat với dung dịch chuẩn H_2SO_4 hoặc HCl có nồng độ 0,01 N – 0,05 N cho đến khi dung dịch chuyển từ màu xanh sang màu đỏ.

5.4. Trong trường hợp cần thiết nên tiến hành các mẫu trắng để loại bỏ sai số.

6. TÍNH KẾT QUẢ

Tổng số nitơ tính theo phần trăm khối lượng đất khô tuyệt đối (N) bằng công thức:

$$N = \frac{a \,.\, N \,.\, 0{,}014 \,.\, 100 \,.\, K}{g}$$

Trường hợp có chuẩn độ mẫu trắng, tính theo công thức:

$$N = \frac{(a - b).N.0{,}014.100.K}{g}$$

trong đó:

a: thể tích dung dịch chuẩn HCl hoặc H_2SO_4 tốn khi chuẩn độ (ml);

b: thể tích dung dịch chuẩn HCl hoặc H_2SO_4 tốn khi chuẩn độ mẫu trắng (ml);

N: nồng độ đương lượng dung dịch HCl hoặc H_2SO_4;

g: khối lượng đất cần để phân tích (g);

0,014: mili đương lượng gam của N (g);

K: hệ số tính ra đất khô tuyệt đối;

100: hệ số tính phần trăm.