

ĐẤT TRỒNG TRỌT
Phương pháp xác định
tổng số chất hữu cơ

TCVN
 4050 — 85

Почва. Метод определения валового органического вещества Soil Method for the determination of total organic matter

Có hiệu lực
 từ 1-7-1986

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định tổng số chất hữu cơ của đất trồng, dùng kali biđromat làm chất oxy hóa.

Tiêu chuẩn này áp dụng cho các loại đất có hàm lượng tổng số chất hữu cơ nhỏ hơn 15% và không áp dụng cho các loại đất có hàm lượng chất khử vô cơ trong đất lớn (như đất phèn, đất trũng ngập nước quanh năm...).

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 quá 0,001 g;

Cân kỹ thuật có độ chính xác 0,1 g;

Bình tam giác dung tích 100; 250 ml;

Phễu nhỏ;

Bình định mức dung tích 1000; 2000 ml sai số không quá 0,5 ml;

Buret dung tích 50 ml, sai số không quá 0,1 ml;

Buret tự động có bộ phận chống oxy của không khí;

Bếp điện học hoặc bếp điện có lưới amiăng;

Đồng hồ cát hoặc đồng hồ bấm;

Kali bicromat tinh khiết hoặc tinh khiết để phân tích;

Muối Mo tinh khiết hoặc tinh khiết để phân tích;

Kali pemanganat pichxana 0,1 N;

Natri cacbonat tinh khiết;

Axit antranilic — chỉ thị màu;

Axit sunfuric, tinh khiết để phân tích, đậm đặc, có khối lượng riêng 1,84 g/cm³;

Pyrogalol tinh khiết;

Kali hydroxit tinh khiết;

3. PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH

3.1 Phương pháp oxy hóa có đun (phương pháp trọng tài).

3.1.1. Nội dung của phương pháp:

Phương pháp dựa theo phương pháp Thiurin, oxy hóa chất hữu cơ trong đất bằng dung dịch $K_2Cr_2O_7$, 0,4 N pha trong axit sunfuric 18 N, thời gian đun 5 phút kể từ khi bắt đầu sôi. Lượng kali bicromat dư được xác định theo phép chuẩn độ ngược bằng dung dịch chuẩn muối Mo.

3.1.2. Chuẩn bị xác định:

3.1.2.1. Chuẩn bị dung dịch $K_2Cr_2O_7$ 0,4 N trong dung dịch axit sunfuric 18 N.

Cân chính xác 39,23 g $K_2Cr_2O_7$ tinh khiết để phân tích đã được sấy khô ở 200°C bằng cân có sai số nhỏ hơn 0,01 g. Hòa tan với nước cất thành 1 lít dung dịch trong bình định mức 1 lít. Sau đó rót dung dịch qua bình định mức 2 lít, rồi cẩn thận thêm từng lượng ít H_2SO_4 đậm đặc, vừa thêm vừa làm lạnh cho đến vạch định mức 2 lít. Dung dịch có nồng độ $K_2Cr_2O_7$ đúng 0,4 N được sử dụng làm dung dịch chuẩn.

Dung dịch $K_2Cr_2O_7$ bền, bảo quản lâu không biến đổi nồng độ. Cần tránh các chất hữu cơ.

Trường hợp sử dụng $K_2Cr_2O_7$ không đạt tiêu chuẩn tinh khiết, cần cân 40 g $K_2Cr_2O_7$ và pha thành 2 lít dung dịch trong H_2SO_4 như ở trên. Sau đó xác định nồng độ $K_2Cr_2O_7$ bằng dung dịch chuẩn muối Mo như sau:

Dùng burett lấy 10,00 ml dung dịch $K_2Cr_2O_7$ cho vào bình tam giác có dung tích 100 ml, thêm 3 giọt chỉ thị axit phenyl antranilic. Chuẩn độ bằng dung dịch chuẩn muối Mo cho đến khi

màu từ tím chuyển sang xanh. Lập lại 3 lần và lấy kết quả trung bình.

Nồng độ đương lượng của dung dịch kali bicomat (N_1) tính theo công thức:

$$N_1 = \frac{N_2 V_2}{V_1}$$

trong đó:

V_1 : Thể tích dung dịch Kali bicomat (ml);

N_2 : Nồng độ đương lượng dung dịch muối Mo;

V_2 : Thể tích dung dịch muối Mo (ml);

3.1.2.2. Chuẩn bị dung dịch muối Mo 0,2 N

Cân 80 g muối Mo $\text{FeSO}_4 (\text{NH}_4)_2 \text{SO}_4 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ bằng cân kỹ thuật có sai số không quá 0,1 g. Hòa tan trong khoảng 700 ml dung dịch H_2SO_4 1N. Lọc dung dịch qua giấy lọc và cho dung dịch vào bình định mức 1 lít. Thêm nước cất đến vạch định mức. Khuấy đều dung dịch. Bảo quản dung dịch trong lọ màu, có bộ phận chống oxy của không khí xâm nhập.

Muối Mo kém bền, dễ bị ôxy hóa; nồng độ dung dịch cần được thường xuyên xác định trước khi dùng bằng cách chuẩn độ với dung dịch chuẩn KMnO_4 .

Dùng pipét hút 10 ml dung dịch muối Mo cho vào bình tam giác có dung tích 250 ml. Thêm 1 ml H_2SO_4 đậm đặc và 50 ml nước cất. Chuẩn độ bằng dung dịch chuẩn KMnO_4 0,1 N cho đến khi xuất hiện màu hồng không biến mất sau 1 phút. Lập lại 3 lần và lấy kết quả trung bình.

Nồng độ đương lượng muối Mo (N_1) tính theo công thức:

$$N_1 = \frac{N_2 V_2}{V_1}$$

trong đó:

V_1 : Thể tích dung dịch muối Mo (ml);

N_2 : Nồng độ đương lượng dung dịch KMnO_4 ;

V_2 : Thể tích dung dịch KMnO_4 (ml).

3.1.2.3. Chuẩn bị dung dịch axit phenyl antranilic

Cân 0,2 g axit phenyl antranilic cho vào bát sứ, thêm một ít dung dịch Na_2CO_3 0,2% và trộn đều thành dạng sền sệt, sau đó cho thêm dung dịch Na_2CO_3 0,2% thành 100 ml.

3.1.2.4. Chuẩn bị dung dịch pyrogallol trong kiềm:

Hòa tan 12 g pyrogallol với 50 ml nước cất (dung dịch A).

Hòa tan 180 g kali hydroxit với 300 ml nước cất (dung dịch B).

Trộn dung dịch A với dung dịch B. Dung dịch thu được dùng để chống oxy của không khí xâm nhập oxy hóa muối Mo.

3.1.3. Tiến hành xác định

Cân chính xác bằng cân phân tích có sai số không lớn hơn 0,001 g khối lượng đất (0,5000) đã được chuẩn bị theo TCVN 4047 - 85.

Khối lượng đất có thể ít hơn nếu hàm lượng chất hữu cơ trong đất cao. Có thể quy định như sau:

Hàm lượng CHC, (%)	Khối lượng đất, (g)
7 — 15	0,1000
5 — 7	0,2000
3 — 5	0,3000
1 — 3	0,5000
nhỏ hơn 1	lớn hơn 0,5000

Cho đất vào đáy bình tam giác chịu nhiệt có dung tích 100 ml. Sau đó cho vào bình tam giác một thể tích chính xác 10,00 ml dung dịch $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 0,4 N trong axit sunfuric 18 N. Lắc đều và dùng phễu con đáy bình (cống phễu ở phía dưới).

Đun trên bếp điện có lưới amiăng (hoặc bếp điện bọc) cho sôi nhẹ trong 5 phút kể từ khi bắt đầu sôi.

Lấy bình tam giác ra khỏi bếp và để nguội bình đến nhiệt độ trong phòng. Thêm 3 giọt chỉ thị màu axit phenyl antranilic. Chuẩn độ bằng dung dịch chuẩn muối Mo 0,2 N cho đến khi màu chuyển từ tím sang xanh.

3.1.4. Tính kết quả

Tổng số chất hữu cơ tính bằng phần trăm khối lượng (CHC) theo các công thức:

3.1.4.1. Tính theo nồng độ dung dịch kali bicromat

$$\text{CHC} = \frac{(a - b) \cdot V \cdot N \cdot 0,003 \cdot 100 \cdot K \cdot 1,724}{ag}$$

trong đó:

- V : thể tích dung dịch $K_2Cr_2O_7$ dùng để oxy hóa (ml);
- a : thể tích dung dịch muối Mo chuẩn độ trắng (ml);
- b : thể tích dung dịch muối Mo chuẩn độ lượng dư (ml);
- N : nồng độ đương lượng dung dịch $K_2Cr_2O_7$;
- g : khối lượng đất khô không khí cần để xác định (g);
- 0,003 : mili đương lượng gam cacbon (g);
- K : hệ số tính ra đất khô tuyệt đối;

100 : hệ số tính phần trăm;

1,724 : hệ số chuyển thành tổng số chất hữu cơ.

3.1.4.2. Tính theo nồng độ dung dịch muối Mo

$$\text{CHC} = \frac{(a - b) N \cdot 0,003 \cdot 1,724 \cdot 100 \cdot k}{g}$$

trong đó:

- a : Thể tích dung dịch muối Mo chuẩn độ trắng (ml);
- b : Thể tích dung dịch muối Mo chuẩn độ lượng dư (ml);
- N : Nồng độ dung dịch muối Mo;
- g : Khối lượng đất khô không khí cần để xác định (g);
- K : Hệ số tính ra đất khô tuyệt đối;
- 100 : Hệ số tính phần trăm;
- 1,724 : Hệ số chuyển thành tổng số chất hữu cơ.

3.2. Phương pháp oxy hóa không đun

3.2.1. Nội dung của phương pháp

Phương pháp dựa theo phương pháp wallkley và Blackoxy hóa chất hữu cơ trong đất bằng dung dịch $K_2Cr_2O_7$ 0,5 N trong dung dịch H_2SO_4 25 N, dùng nhiệt độ do nhiệt hòa tan H_2SO_4 vào dung dịch $K_2Cr_2O_7$ làm nhiệt độ oxy hóa. Lượng $K_2Cr_2O_7$ dư



Được xác định theo phép chuẩn độ ngược bằng dung dịch chuẩn muối Mo.

3.2.2. Chuẩn bị xác định:

3.2.2.1. Chuẩn bị dung dịch $K_2Cr_2O_7$ 1 N

Cân chính xác 49,040 g $K_2Cr_2O_7$ tinh khiết để phân tích đã được sấy khô ở $200^\circ C$ bằng cân có sai số nhỏ hơn 0,01 g. Hòa tan với nước cất thành 1 l trong bình định mức.

Trường hợp pha từ $K_2Cr_2O_7$ không đạt tiêu chuẩn tinh khiết cần cân 50 g $K_2Cr_2O_7$ pha với nước cất thành 1 l dung dịch. Sau đó xác định nồng độ dung dịch $K_2Cr_2O_7$ bằng dung dịch chuẩn muối Mo.

Dùng pipét hút 5,00 ml dung dịch $K_2Cr_2O_7$ cho vào bình tam giác, thêm 10 ml H_2SO_4 đậm đặc và 3 giọt chỉ thị màu axit phenyl antranilic. Chuẩn độ bằng dung dịch chuẩn muối Mo cho đến khi màu chuyển từ tím qua xanh. Lập lại 3 lần và lấy kết quả trung bình.

Nồng độ đương lượng dung dịch $K_2Cr_2O_7$ (N_1) tính theo công thức:

$$N_1 = \frac{N_2 V_2}{V_1}$$

trong đó:

V_1 : Thể tích dung dịch $K_2Cr_2O_7$ (ml);

N_2 : Nồng độ đương lượng dung dịch muối Mo;

V_2 : Thể tích dung dịch muối Mo (ml).

3.2.2.2. Chuẩn bị dung dịch muối Mo 0,2N theo 3.1.2.2.

3.2.2.3. Chuẩn bị dung dịch axit phenyl antranilic theo 3.1.2.3.

3.2.3. Tiến hành xác định

Cân chính xác bằng cân phân tích có sai số lớn hơn 0,001 g, khối lượng đất 0,5000 g đã được chuẩn bị theo TCVN 4047 - 85.

Khối lượng đất có thể ít hơn nếu hàm lượng chất hữu cơ trong đất cao, có thể quy định theo 3.1.3.

Cho đất vào đáy bình tam giác có dung tích 100 ml cho vào bình tam giác một thể tích chính xác 5,00 ml dung dịch $K_2Cr_2O_7$ 1 N. Thêm một cách cẩn thận 10 ml H_2SO_4 đậm đặc. Lắc đều và

sau đó để yên 30 phút. Thêm khoảng 20 – 30 ml nước, 4 – 5 giọt axit phenyl antronic. Chuẩn độ lượng $K_2Cr_2O_7$ dư bằng dung dịch chuẩn muối Mo cho đến khi chuyển màu từ tím sang xanh.

3.2.4. Tính kết quả

Tổng số chất hữu cơ tính bằng phần trăm khối lượng (CHC) theo đất khô tuyệt đối bằng các công thức:

3.2.4.1. Tính theo nồng độ dung dịch $K_2Cr_2O_7$

$$CHC = \frac{(a-b) \cdot V \cdot N \cdot 0,003 \cdot 1,724 \cdot 1,16 \cdot 100 \cdot K}{a \cdot g}$$

trong đó:

a : thể tích dung dịch muối Mo chuẩn độ trắng (ml);

b : thể tích dung dịch muối Mo chuẩn độ lượng dư (ml);

V : thể tích dung dịch $K_2Cr_2O_7$ dùng để ôxy hóa (ml);

N : nồng độ đương lượng dung dịch $K_2Cr_2O_7$;

0,003 : mili đương lượng gam của cacbon (g);

g : khối lượng đất khô không khí cần để xác định (g);

1,16 : hệ số quy hàm lượng tổng số chất hữu cơ tương đương với phương pháp trọng tải;

100 : hệ số tính phần trăm;

K : hệ số tính ra đất khô tuyệt đối;

1,724 : hệ số chuyển thành tổng số chất hữu cơ;

3.2.4.2. Tính theo nồng độ dung dịch muối Mo:

$$CHC = \frac{(a-b) \cdot N \cdot 0,003 \cdot 1,16 \cdot 1,724 \cdot 100 \cdot K}{g}$$

trong đó:

a : thể tích dung dịch muối Mo chuẩn độ trắng (ml);

b : thể tích dung dịch muối Mo chuẩn độ lượng dư (ml);

N : nồng độ đương lượng dung dịch muối Mo;

0,003 : mili đương lượng gam cacbon (g);

g : khối lượng đất khô không khí cần để xác định (g);

1,16 : hệ số quy hàm lượng tổng số chất hữu cơ tương đương với phương pháp trọng tải.

100 : hệ số tính phần trăm ;

K. : hệ số tính ra đất khô tuyệt đối ;

1,724 : hệ số chuyển thành tổng số chất hữu cơ.

3.2.4.3. Các yếu tố ảnh hưởng.

Các chất khử vô cơ như Cl^- , Fe^{2+} , Mn^{2+} , S^{2-} và các dạng thừ khác... tác dụng với $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ làm tiêu tốn một lượng $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ và do đó làm tăng hàm lượng chất hữu cơ, gây sai số.

a) Các loại đất mặn có hàm lượng Cl^- bé hơn 0,6% trong đất gây sai số không đáng kể. Những loại đất mặn có hàm lượng Cl^- lớn hơn 0,6% cần loại bỏ ảnh hưởng do Cl^- gây ra theo công thức :

$$\%C \text{ thực tế} = \% C \text{ xác định} - \frac{\% \text{Cl}^-}{12}$$

b) Với các loại đất có nhiều chất khí vô cơ khác như Fe^{2+} , Mn^{2+} và các sản phẩm khử của S (S^{2-} , FeS_2) như đất phèn, đất trũng ngập nước quanh năm..., sai số phân tích lớn cần sử dụng phương pháp Knopp.

c) Phương pháp được sử dụng với đất có hàm lượng tổng số chất hữu cơ bé hơn 15%.