

**TCVN 6498 : 1999**

**ISO 11261 : 1995**

**CHẤT LƯỢNG ĐẤT – XÁC ĐỊNH NITƠ TỔNG –  
PHƯƠNG PHÁP KENDAN (KJELDAHL) CẢI BIÊN**

*Soil quality – Determination of total nitrogen – Modified Kjeldahl method*

**HÀ NỘI – 1999**

## **Lời nói đầu**

TCVN 6498 : 1999 hoàn toàn tương đương với ISO 11261 : 1995.

TCVN 6498 : 1999 do Ban kỹ thuật TCVN/TC 190 Chất lượng đất biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học, Công nghệ và Môi trường ban hành.

# Chất lượng đất – Xác định nitơ tổng – Phương pháp Kendan (Kjeldahl) cải biên

## *Soil quality – Determination of total nitrogen – Modified Kjeldahl method*

### 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định hàm lượng nitơ tổng (N-amoni, N-nitrat, N-nitrit, N- trong hợp chất hữu cơ) của đất. Nitơ trong các liên kết N – N, N – O và trong một số hợp chất dị vòng (đặc biệt là pyridin) chỉ có thể xác định được một phần. Có thể dùng tiêu chuẩn này để xác định nitơ tổng trong tất cả các loại đất.

### 2 Tiêu chuẩn trích dẫn

Những tiêu chuẩn sau đây được sử dụng cùng với tiêu chuẩn này:

TCVN 4851: 1989 (ISO 3696:1987) Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm –Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử.

ISO 5725:1986 Độ chính xác của các phương pháp thử –Xác định độ lặp lại và độ tái lập đối với một phương pháp thử tiêu chuẩn được thử nghiệm giữa các phòng thí nghiệm.

ISO 11464:1994 Chất lượng đất – Xử lý sơ bộ mẫu để phân tích hóa lý.

TCVN 5963: 1995 (ISO 11465:1993) Chất lượng đất – Xác định chất khô và hàm lượng nước trên cơ sở khối lượng – Phương pháp khối lượng.

### 3 Nguyên tắc

Phương pháp này dựa trên cơ sở chưng cất Kendan (Kjeldahl) nhưng thay xúc tác selen bằng xúc tác titan dioxit ( $\text{TiO}_2$ ).

Chú thích 1 – Titan dioxit có độc tính sinh thái ít hơn selen.

## **4 Thuốc thử**

Tất cả các thuốc thử phải đạt độ tinh khiết phân tích. Nước sử dụng là loại 2 theo TCVN 4851/ISO 3696.

### **4.1 Axit salixilic/axit sunfuric**

Hoà tan 25 g axit salixilic trong 1 lit axit sunfuric đậm đặc ( $\rho = 1,84 \text{ g/cm}^3$ ).

### **4.2 Hỗn hợp xúc tác kali sunfat**

Nghiền và trộn kỹ hỗn hợp 200 g kali sunfat , 6 g đồng (II) sunfat ngậm 5 phân tử nước và 6 g titan dioxit có cấu trúc tinh thể anatax.

### **4.3 Natri thiosunfat ngậm năm phân tử nước**

Nghiền tinh thể thành bột mịn, chuyển qua rây có cỡ lỗ 0,25 mm.

### **4.4 Natri hidroxit , $c(\text{NaOH}) = 10 \text{ mol/l}$**

### **4.5 Dung dịch axit boric $\rho(\text{H}_3\text{BO}_3) = 20 \text{ g/l}$ .**

### **4.6 Chỉ thị hỗn hợp**

Hoà tan 0,1 g bromocresol xanh lục và 0,02 g metyl đỏ trong 100 ml etanol.

### **4.7 Axit sunfuric, $c(\text{H}^+) = 0,01 \text{ mol/l}$ .**

## **5 Thiết bị**

Thiết bị phòng thí nghiệm thông thường và

### **5.1 Bình phá mẫu (hoặc ống) với thể tích danh định là 50 ml, phù hợp với bếp phá mẫu.**

### **5.2 Bếp phá mẫu**

Chú thích 2 – Các ống thuỷ tinh đặt trong các lỗ được khoan trên một khối nhôm là thích hợp.

### **5.3 Thiết bị cất phù hợp hơn cả là loại Parnas – Wagner.**

### **5.4 Buret, chia độ 0,01 ml hoặc nhỏ hơn.**

## **6 Xử lý sơ bộ mẫu đất**

Các mẫu đất được xử lý sơ bộ theo ISO 11464.

Chú thích 3 – Có thể xảy ra mất nitơ đối với các mẫu có hàm lượng N – amoni và N – nitrat cao. Do đó cần tránh làm khô mẫu quá ( $105^\circ\text{C}$ ).

## 7 Tiến hành

Cho một phần của mẫu đất đã được làm khô trong không khí khoảng 0,2 g (hàm lượng nitơ dự kiến khoảng 0,5 %) đến 1 g (hàm lượng nitơ dự kiến khoảng 0,1 %) vào trong bình phá mẫu (5.1). Thêm vào 4 ml axit salixilic axit sunfuric đậm đặc (4.1) và xoay tròn bình đến khi axit trộn đều vào đất. Để yên hỗn hợp ít nhất trong vài giờ (hoặc qua đêm). Thêm vào bình 0,5 g natri thiosunfat (4.3) qua một phễu khô có cổ rộng phễu cắm sâu đến bầu của bình cất và đun cẩn thận hỗn hợp trên bếp phá mẫu (5.2) đến khi hỗn hợp ngừng sôi bọt.

Sau đó làm nguội bình, thêm vào 1,1 g hỗn hợp xúc tác (4.2) và tiếp tục đun đến khi hỗn hợp cất trở nên trong suốt. Đun nhẹ hỗn hợp phản ứng trong 5 giờ sao cho hơi ngưng tụ của axit sunfuric đạt đến khoảng 1/3 cổ bình. Giữ nhiệt độ của dung dịch không quá 400 °C.

Chú thích 4 – Trong đa số trường hợp thời gian đun 2 giờ là vừa đủ.

Sau khi bước phá mẫu kết thúc, làm nguội bình rồi vừa lắc bình vừa thêm từ từ khoảng 20 ml nước vào. Sau đó xoay tròn bình để chuyển toàn bộ phần không tan về dạng huyền phù và chuyển tất cả vào thiết bị cất (5.3). Tráng bình 3 lần bằng nước đổ vào thiết bị cất. Thêm 5 ml axit boric (4.5) vào bình nón 100 ml và đặt bình nón dưới sinh hàn ngưng tụ của thiết bị cất sao cho phần cuối của sinh hàn ngưng tụ nhúng vào dung dịch. Thêm 20 ml natri hidroxit (4.4) vào phễu của thiết bị cất và mở khóa để dung dịch kiểm chảy từ từ vào buồng cất đến khi phần ngưng tụ được khoảng 40 ml (lượng cụ thể phụ thuộc vào kích thước của thiết bị cất). Tráng phần cuối của sinh hàn ngưng tụ vào phần cất được, thêm vào vài giọt chỉ thị (4.6) rồi chuẩn độ bằng axit sunfuric (4.7) đến điểm cuối có màu tím.

Chú thích 5 – Cũng có thể chuẩn độ điện thế. Điểm cuối của phép chuẩn độ ở pH = 5,0.

Chú thích 6 – Nếu dùng phương pháp cất lôi cuốn hơi nước thì dùng tốc độ cất khoảng 25 ml/phút. Ngừng cất khi phần ngưng tụ đạt khoảng 100 ml.

Tiến hành phép thử trắng như trên nhưng không có mẫu đất. Ghi lại lượng axit sunfuric chuẩn độ cho mẫu trắng và mẫu đất.

## 8 Tính toán kết quả

Hàm lượng nitơ tổng ( $W_N$ ) được tính bằng miligam trên gam được tính theo công thức sau

$$w_N = \frac{(V_1 - V_0) \times c[H^+] \times M_N}{m} \times \frac{100 + w_{H_2O}}{100}$$

trong đó

$V_1$  là thể tích của dung dịch axit sunfuric (4.7) dùng để chuẩn độ mẫu (chỉ thị (4.6)), tính bằng mililít;

$V_0$  là thể tích của dung dịch axit sunfuric (4.7) dùng để chuẩn mẫu trắng (chỉ thị (4.6)), tính bằng mililít;

$c[H^+]$  là nồng độ  $H^+$  của axit sunfuric (4.7) (nghĩa là nếu dùng axit sunfuric 0,01 mol/l thì  $c[H^+] = 0,02\text{mol/l}$ ), tính bằng mol trên lít;

## TCVN 6498 :1999

$M_N$  là khối lượng mol của nitơ tính bằng gam trên mol (=14);

$m$  là khối lượng của mẫu đất được làm khô ngoài không khí, tính bằng gam;

$w_{H_2O}$  là hàm lượng nước tính bằng phần trăm khối lượng so với mẫu đất được làm khô trong tủ sấy tính theo TCVN 5963:1995 (ISO 11465).

Làm tròn kết quả đến hai số có nghĩa sau dấu phẩy.

### 9 Độ chính xác

Độ chính xác của những số liệu theo ISO 5725 đã được xác định từ thực nghiệm năm 1992 của mười bốn phòng thí nghiệm trên bốn mẫu đất. Những kết quả thu được cho trong bảng 1.

Từ những số liệu trong bảng 1 có thể kết luận sự khác nhau giữa hai phép xác định riêng biệt không vượt quá 15 % hàm lượng nitơ tổng đo được khi hàm lượng nhỏ hơn 2 mg/g và không vượt quá 10 % hàm lượng nitơ tổng đo được khi hàm lượng lớn hơn 2 mg/g.

### 10 Báo cáo kết quả

Báo cáo kết quả bao gồm các thông tin sau

- trích dẫn tiêu chuẩn này;
- thông tin đầy đủ để nhận biết mẫu;
- kết quả xác định;
- bất kỳ những chi tiết nào không qui định trong tiêu chuẩn này hoặc là những điều được lựa chọn tùy ý cũng như bất kỳ yếu tố nào có thể đã ảnh hưởng đến kết quả.

**Bảng 1 – Trung bình tổng của hàm lượng nitơ,  $S_r$ ,  $r$ ,  $S_R$  và  $R$  được tính toán sau khi đã loại bỏ những kết quả phạm sai số thô**

Số mẫu	Hàm lượng nitơ, $w_N$ mg/g	Điều kiện lặp lại của đất		Điều kiện tái lập	
		mg/g		mg/g	
		$s_r$	$r$	$s_R$	$R$
1	0,98	0,06	0,17	0,27	0,76
2	3,11	0,12	0,33	0,58	1,62
3	6,70	0,19	0,54	1,07	3,00
4	10,88	0,26	0,74	0,89	2,50

$s_r$  là độ lệch chuẩn của độ lặp lại  
 $r$  là giá trị độ lặp lại

$s_R$  là độ lệch chuẩn của độ tái lập  
 $R$  là giá trị độ tái lập.

**Phụ lục A**

(tham khảo)

**Thư mục**

- [ 1 ] THUN HERRMANN and KNICKMANN, Die Untersuchung von Bonden (1955), Neumann Verlag, Radebeul und Berlin.
- [ 2 ] PAGE, A.L. et al., Methods of soil analysis, Part 2 (1982), *American Society of Agronomy and Soil Science of America*, Madison, WI.
- [ 3 ] WILLIAMS, *P.C.J.Sci.Fd.Agric.* **24** (1973), p. 343.
-