



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

<b>ĐẤT TRỒNG TRỌT</b>		<b>TCVN</b> <b>4405 - 87</b>
<b>Phương pháp xác định canxi trao đổi</b>		
Почва	Soil	<b>Có hiệu lực</b> <b>từ 1-7-1988</b>
метод определения обменной кальции	Method for the deter- mination of exchan- geng calcium	

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định canxi trao đổi cho các loại đất trồng trọt 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 kali clorua 1N, xác định hàm lượng canxi trong dịch rút được bằng cách dùng trilon B 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; 250ml;
- Buret có vạch chia 0,1ml;
- Microburet có vạch chia 0,002ml;
- Phễu lọc, đường kính miệng 6÷10cm;
- Giấy lọc mịn;
- Kali clorua, TK. PT;
- Trilon B; TK. PT;
- Hydroxiamin, TK. PT;
- Cupran (natri-N<sub>1</sub>N-dietyl tiocacbonat) hoặc natri sunfua;
- Tristsnolamin, TK. PT;
- AMONIAC, TK. PT;
- Canxicacbonat, TK. PT;
- Natri hydroxit, TK. PT;

- Axit clohydric, TK.PT;
- Chỉ thị màu murexit (có thể fluoretson hoặc pation peeder)
- Nước cất không có canxi.

### 2.3. Chuẩn xác định

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

2.3.1.1. Cân 9,3g trilon B bằng cân kỹ thuật hòa tan vào nước và lên đến thể tích 1l.

#### 2.3.1.2. Chuẩn bị dung dịch chuẩn canxi clorua 0,05N

Cân chính xác bằng cân phân tích 2,5020g canxi cacbonat (đã được sấy khô ở 150°C đến khối lượng không đổi) cho vào bình định mức 1l. Thêm 10ml dung dịch axit clohydric 1:1 và lắc cho đến hòa tan hết. Sau đó lên thể tích đến vạch.

#### 2.3.1.3 Xác định nồng độ dung dịch trilon B

Dùng pipet hút chính xác 10,00ml dung dịch chuẩn canxi clorua 0,05N. Cho vào bình tam giác cỡ 200 - 250ml, thêm nước cất đến 100ml, thêm các chất che nếu cần, thêm 2ml natri hydroxit 2N (hoặc natri hydroxit 10%), lắc đều. Sau đó cho chất chỉ thị màu rồi chuẩn độ (chậm nhất là những giọt gần kết thúc định phân) bằng trilon B từ buret xuống cho đến khi đến điểm chuyển màu chất chỉ thị.

Các chất chỉ thị có thể dùng để xác định canxi bằng phương pháp chuẩn độ trilon B theo quy định trong bảng sau:

Chất chỉ thị	Cách sử dụng	Biến đổi màu
Murexit	Hỗn hợp khô mịn với kali clorua hoặc natri clorua tỷ lệ 1/100 - lượng dùng 30mg	Đỏ - tím hoa cà
Fluoreson	Hỗn hợp khô mịn với kali nitrat tỷ lệ 1/100 - lượng dùng 30mg	Mất ánh huỳnh quang lục
Pation peeder	Hỗn hợp khô mịn với kali clorua hoặc natri clorua tỷ lệ 1/100 - lượng dùng 30mg	Đỏ nâu - xanh biển

Tiến hành chuẩn độ màu trắng

Tính nồng độ trilon B theo công thức:

$$X = \frac{0,05 \cdot 10}{V - V_0} = \frac{0,5}{V - V_0} N$$

trong đó:

X: nồng độ đương lượng trilon B;

V: thể tích trilon B tiêu thụ khi chuẩn độ với 10,00ml canxi clorua 0,05N (ml);

$V_0$ : thể tích trilon B chuẩn độ màu trắng (ml);

0,05: nồng độ đương lượng dung dịch canxi clorua;

10: thể tích dung dịch canxi clorua;

### 2.3.2. Chuẩn bị dung dịch kali clorua 1N

Theo TCVN 4401-87

### 2.3.3. Chuẩn bị dung dịch natri hydroxit 10% hoặc 2N

Pha 8-10g natri hydroxi thành 100ml dung dịch. Dung dịch đảm bảo không có cacbonat, bảo quản trong các bình kín có bộ phận chống xâm nhập của cacbonđioxit có trong không khí

2.3.4. Hỗn hợp các chỉ thị màu: nghiền với các chất trộn lẫn khô đến mịn theo tỷ lệ 1/100 cho đến khi thấy màu đồng đều.

## 2.4. Tiến hành xác định

Cân 40,0g đất bằng cân kỹ thuật cho vào bình tam giác có dung tích 150-250ml. Thêm 100ml kali clorua 1N, khuấy trong 10 phút hoặc lắc trong 1 giờ, rồi lọc. Có thể khuấy trong 1 phút hoặc lắc trong 1 giờ, sau đó để yên 18-20 giờ rồi lọc.

Hút 25,0ml dung dịch lọc cho vào bình tam giác cỡ 200-250ml rồi thêm nước cất đến 100ml, thêm các chất che nếu cần, thêm 2-3ml natri hydroxit 2N (hoặc 10%). Lắc đều.

Sau đó một lúc thêm khoảng 30mg chất chỉ thị (murexit; fluoresen hoặc pation peeder) rồi chuẩn độ chậm cho đến khi chuyển màu.

Đồng thời tiến hành chuẩn độ màu trắng.

2.5. Tính kết quả: hàm lượng can xi trao đổi (X) biểu thị bằng số miligam đương lượng cation  $\text{Ca}^{2+}$  ( $\text{mgđiCa}^{2+}$ ) có 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 chuyển với dung dịch rút (ml);

$V_0$ : thể tích trilon B tiêu thụ khi chuyển với dung dịch màu trắng (ml);

N: nồng độ đương lượng trilon B;

$V_1$ : thể tích dung dịch nước rút được chuẩn độ (ml);

250: hệ số qui đổi ra 100g đất.

2.6. Những yếu tố cản trở và các cách khắc phục

2.6.1. Những yếu tố cản trở trong quá trình chuẩn độ can xi bằng trilon B:

— Môi trường để chuẩn độ can xi bằng trilon B dùng chỉ thị màu murexit bắt buộc phải  $\text{pH} = 12$ .  $\text{pH}$  thấp hơn hay cao hơn đều ảnh hưởng đến độ chuyển màu. Do đó cần đảm bảo đủ lượng dung dịch kiềm và đối với những dung dịch xác định có độ  $\text{pH}$  quá thấp cần trung hòa trước bằng dung dịch natri hydroxit sau đó cho thêm lượng dung dịch natri hydroxit theo thủ tục quy định.

— Mangan nhiều trong dung dịch có thể tạo thành tủa mangan đioxit có thể loại bỏ bằng cách khử với hydroxit amin

— Đồng, sắt và các kim loại nặng ảnh hưởng đến quá trình xác định được loại bỏ bằng natri sunfua hoặc cupran, chúng sẽ kết tủa dưới dạng sunfua và lọc bỏ đi.

— Nếu hàm lượng magiê trong dung dịch lớn, magiê hydroxit sẽ hấp phủ  $\text{Ca}^{2+}$  và chất chỉ thị. Cần kiềm hóa dung dịch và để 1–2 phút sau mới cho chất chỉ thị.

— Cacbonat có trong kiềm, cacbondioxit hòa tan trong dịch phân tích làm kết tủa canxi cacbonat. Cần đảm bảo dung dịch kiềm không có cacbonat.