

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 5979 : 2007

ISO 10390 : 2005

CHẤT LƯỢNG ĐẤT – XÁC ĐỊNH PH

Soil quality – Determination of pH

Lời nói đầu

TCVN 5979 : 2007 thay thế TCVN 5979 : 1995.

TCVN 5979 : 2007 hoàn toàn tương đương với ISO 10390 : 2005.

TCVN 5979 : 2007 do Tiểu Ban kỹ thuật Tiêu chuẩn TCVN/TC190/SC3 “*Phương pháp hóa học*” biên soạn, Tổng cục tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

CHẤT LƯỢNG ĐẤT – XÁC ĐỊNH PH

Soil quality – Determination of pH

1. Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định pH sử dụng điện cực thủy tinh trong huyền phù 1.5 (phần thể tích) của đất trong nước (pH trong H_2O), trong dung dịch 1 mol/l kali clorua (pH trong KCl) hoặc trong dung dịch 0,01 mol/l canxi clorua (pH trong $CaCl_2$).

Tiêu chuẩn này áp dụng cho tất cả các loại mẫu đất làm khô ngoài không khí, ví dụ như đất đã được xử lý sơ bộ theo TCVN 6647 (ISO 11464).

2. Tiêu chuẩn viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau là rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm ban hành thì áp dụng phiên bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm ban hành thì áp dụng phiên bản mới nhất (bao gồm cả sửa đổi).

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

ISO 1770 : 1981 Solid-stom general purpose thermometers (Nhiệt kế đa năng thân cứng).

3. Nguyên tắc

Huyền phù đất được chuẩn bị, có thể tích gấp năm lần thể tích một trong nhưng chất dưới đây:

Nước;

- Dung dịch kali clorua (KCl) trong nước, $c = 1 \text{ mol/l}$,

- Dung dịch canxi clorua (CaCl_2) trong nước, $c = 0,01 \text{ mol/l}$;

pH của huyền phù được đo bằng pH -mét.

CHÚ THÍCH: Để xây dựng một quy trình tổng quát áp dụng cho tất cả các loại mẫu đất, cần lựa chọn tỷ lệ thể tích/ thể tích thích hợp vì sau đó có thể xử lý tất cả các loại đất theo một phương pháp. Nếu tỷ số khối lượng/thể tích đã được lựa chọn, thì lượng mẫu thử đã cân phải phù hợp với các loại đất có tỷ trọng (khối lượng riêng) thấp để có thể dùng để điều chế huyền phù. Để đạt mục đích đó, lấy thể tích phần mẫu thử yêu cầu cân bằng một cái thìa đong là đủ chính xác.

4. Thuốc thử

Chỉ dùng các thuốc thử tinh khiết phân tích.

4.1. Nước, có độ dẫn điện riêng không lớn hơn $0,2 \text{ mS/m}$ ở 25°C và pH lớn hơn 5,6 [nước loại 2 theo TCVN 4851 (ISO 3696)].

4.2. Dung dịch kali clorua, $c(\text{KCl}) = 1 \text{ mol/l}$

Hòa tan 74,5 g kali clorua trong nước (4.1) và pha loãng bằng nước đến 1000 ml.

4.3. Dung dịch canxi clorua, $c(\text{CaCl}_2) = 0,01 \text{ mol/l}$

Hòa tan 1,47 g canxi clorua ngậm hai nước ($\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) trong nước (4.1) và pha loãng bằng nước đến 1000 ml.

4.4. Dung dịch đệm, để hiệu chuẩn pH-met.

Sử dụng ít nhất hai trong số các dung dịch đệm sau đây để hiệu chuẩn. Có thể dùng dung dịch đệm có pH tương tự hoặc tương đương với pH có bán sẵn trên thị trường.

CHÚ THÍCH: Dung dịch đệm 4.4.1, 4.4.2 và 4.4.3 bền trong một tháng nếu bảo quản trong bình polyetylen.

4.4.1. Dung dịch đệm, pH 4,00 ở 20°C

Hòa tan 10,21 g kali hydro phthalat ($\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_4\text{K}$) trong nước (4.1) và pha loãng bằng nước đến 1000 ml. Kali hidro phthalat nên được làm khô ở $115^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ trong 2 h trước khi sử dụng.

4.4.2. Dung dịch đệm, pH 6,88 ở 20°C

Hòa tan 3,39 g kali dihydro phosphat (KH_2PO_4) và 3,53 g dinatri hydro phosphat (Na_2HPO_4) trong nước (4.1) và pha loãng bằng nước đến 1000 ml.

Kali dihydro phosphat nên được làm khô ở $115^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ trong 2 h trước khi sử dụng.

4.4.3. Dung dịch đệm, pH 9,22 ở 20°C

Hòa tan 3,80 g dinatri tetraborat ngâm mười nước ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) trong nước (4.1) và pha loãng bằng nước đến 1000 ml.

CHÚ THÍCH: Dinatri tetraborat ngâm mười nước có thể mất nước hoặc kết tinh khi được bảo quản trong một thời gian dài.

5. Thiết bị, dụng cụ

5.1. Máy lắc hoặc máy trộn

5.2. pH-mét, có thể điều chỉnh độ dốc và nhiệt độ.

5.3. Điện cực thủy tinh và một điện cực so sánh hoặc một điện cực tổ hợp có đặc tính tương đương

Trong những trường hợp giá trị pH lớn hơn 10, một điện cực đặc biệt sẽ được dùng cho khoảng pH này.

CHÚ THÍCH: Có nhiều nguy cơ làm hỏng do gãy hoặc nhiễm bẩn điện cực.

5.4. Nhiệt kế hoặc đầu dò nhiệt độ, có thang đo tới 1 °C phù hợp với loại C theo ISO 1770 : 1981.

5.5. Bình mẫu có thể tích nhỏ nhất là 50 ml làm bằng thủy tinh bosilicat hoặc polyetylen có nắp hoặc nút kín.

5.6. Thìa có thể tích ít nhất là 5,0 ml.

6. Mẫu phòng thí nghiệm

Dùng phần mẫu đất được bong khô ngoài không khí, hoặc mẫu đất được làm khô ở nhiệt độ không quá 40 °C, đã qua rây có cỡ lỗ 2 mm. Ví dụ, có thể dùng mẫu đất được xử lý trước theo TCVN 6647 (ISO 11464).

CHÚ THÍCH: Việc làm khô có thể ảnh hưởng đến pH của đất. Trong một số mẫu đất; đặc biệt những mẫu có chứa sunfua, việc làm khô đất có thể làm giảm đáng kể giá trị pH.

7. Cách tiến hành

7.1. Chuẩn bị huyền phù

7.1.1. Dùng thìa 5 ml (5.6) để lấy một phần mẫu thử đại diện từ mẫu phòng thí nghiệm.

7.1.2. Cho phần mẫu thử vào bình mẫu (5.5) và thêm vào một thể tích nước (4.1), dung dịch kali clorua (4.2) hoặc dung dịch canxi clorua (4.3) gấp năm lần thể tích của mẫu thử.

7.1.3. Trộn hoặc lắc mạnh huyền phù trong 60 min – 10 min bằng máy lắc hoặc máy trộn (5.1) và chờ ít nhất 1h nhưng không lâu hơn 3h.

Phải tránh để không khí lọt vào trong khoảng thời gian sau khi lắc.

7.2. Hiệu chuẩn máy pH-mét

Điều chỉnh máy pH-mét theo hướng dẫn ghi trong sách hướng dẫn của nhà sản xuất

Hiệu chỉnh pH-mét như quy định trong sách hướng dẫn của nhà sản xuất, dùng các dung dịch đệm (4.4) ở $20^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$.

CHÚ THÍCH: Sử dụng các điện cực trong điều kiện tốt, cân bằng thường đạt được trong 30 s.

7.3. Đo pH

Đo pH trong huyền phù ở $20^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ ngay sau khi hoặc trong khi lắc. Quá trình lắc phải đạt được trạng thái huyền phù đồng nhất của các hạt đất, nhưng phải tránh không khí lọt vào. Đọc giá trị pH sau khi đã đạt được trạng thái ổn định. Chú ý ghi giá trị pH tới hai số thập phân.

Nếu sử dụng pH-mét kim dao động, phải ước lượng số lẻ thập phân thứ hai.

CHÚ THÍCH 1: Ví dụ, khi giá trị pH đo được trong vòng 5s không sai khác quá 0,02 đơn vị pH thì phép đo có thể được coi là ổn định. Thời gian yêu cầu để ổn định thường là 1 min hoặc ít hơn nhưng có thể phụ thuộc vào một số yếu tố sau:

- Giá trị pH (ở giá trị pH cao, khó đạt tới trạng thái ổn định);
- Chất lượng của điện cực thủy tinh (sự khác nhau trong chế tạo các điện cực) và thời gian sử dụng của chúng;
- Môi trường dùng để đo pH (sự ổn định trong môi trường KCl hoặc CaCl_2 đạt được nhanh hơn so với trong nước);
- Sự khác nhau về giá trị pH giữa các mẫu trong cùng một loạt mẫu đo;
- Thực hiện sự khuấy trộn cơ học trước hoặc trong khi đo có thể giúp đạt kết quả ổn định trong thời gian ngắn hơn.

CHÚ THÍCH 2: Trong các mẫu có hàm lượng chất hữu cơ cao (đất than bùn, đất trồng trong chậu ...) hiệu ứng huyền phù có thể đóng một vai trò quan trọng. Đối với đất đá vôi, huyền phù có thể hấp thụ cacbon dioxit, trong những trường hợp như vậy khó đạt tới một giá trị pH cân bằng.

8. Độ lặp lại

Độ lặp lại của phép đo pH, thể hiện bằng sự khác nhau giữa hai huyền phù được điều chế riêng biệt sẽ phải thỏa mãn những yêu cầu được đưa ra trong bảng 1.

Bảng tóm tắt những kết quả thử nghiệm giữa các phòng thí nghiệm về phép xác định pH của đất được nêu ở phụ lục A.

Bảng 1 – Độ lặp lại chấp nhận được của phép đo pH

Khoảng pH	Mức chênh chấp nhận được
$\text{pH} \leq 7,00$	0,15
$7,00 < \text{pH} < 7,50$	0,20
$7,50 \leq \text{pH} \leq 8,00$	0,30
$\text{pH} > 8,00$	0,40

9. Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm nên bao gồm những thông tin sau đây:

- a) Viện dẫn tiêu chuẩn này;
- b) Tất cả thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ mẫu;
- c) Môi trường được dùng để tạo huyền phù: pH trong H₂O, pH trong dung dịch KCl hoặc pH trong dung dịch CaCO₃ đã được xác định;
- d) Kết quả của phép xác định, chính xác đến 0,1 đơn vị pH
- e) Mọi khó khăn gặp phải trong khi thiết lập điều kiện cân bằng;
- f) Mọi thao tác chi tiết không được quy định trong tiêu chuẩn này, hoặc là tự chọn, cũng như các yếu tố có thể ảnh hưởng đến kết quả thử nghiệm.

PHỤ LỤC A

(Tham khảo)

Kết quả phép thử liên phòng thí nghiệm để xác định pH của đất

Một phép thử nghiệm liên phòng thí nghiệm đã được tổ chức vào năm 2004 để kiểm tra quy trình được quy định trong tiêu chuẩn này.

Trong phép thử liên phòng thí nghiệm này, 35 phòng thí nghiệm đã thực hiện phép xác định pH của bốn loại đất.

Tóm tắt kết quả phép thử liên phòng thí nghiệm được trình bày trong các bảng từ A.1 đến A.3.

Các mẫu 1 (đất cát canh tác) và mẫu 2 (đất clay canh tác) là các mẫu lấy ở Cộng hòa Séc, Mẫu 3 và mẫu 4 (đều là đất thịt canh tác) được lấy ở Pháp.

Giá trị độ lặp lại, r , và giá trị độ tái lập R , được liệt kê trong các bảng từ A.1 đến A.3, được tính toán theo TCVN 6910-2 (ISO 5725-2).

Bảng A.1 – Kết quả phép thử liên phòng thí nghiệm xác định pH trong H₂O

Mẫu số	1	2	3	4
Số phòng thí nghiệm được giữ lại sau khi loại	35	33	32	33
Số phòng thí nghiệm bị loại ra	0	2	3	2
Số kết quả được chấp nhận	70	66	64	66
Giá trị trung bình	5,72	7,60	8,08	6,40
Giá trị độ lặp lại ($r = 2,8 s_r$)	0,08	0,12	0,10	0,10
Giá trị độ tái lập ($R = 2,8 S_R$)	0,79	0,45	0,42	0,36

Bảng A.2 – Kết quả phép thử liên phòng thí nghiệm xác định pH trong KCl

Mẫu số	1	2	3	4
Số phòng thí nghiệm được giữ lại sau khi loại	35	35	34	33
Số phòng thí nghiệm bị loại ra	0	0	1	2
Số kết quả được chấp nhận	70	70	68	66
Giá trị trung bình	5,00	7,13	7,38	5,67
Giá trị độ lặp lại ($r = 2,8 s_r$)	0,09	0,08	0,08	0,14
Giá trị độ tái lập ($R = 2,8 S_R$)	0,47	0,37	0,36	0,25

Bảng A.3 – Kết quả phép thử liên phòng thí nghiệm xác định pH trong CaCl_2

Mẫu số	1	2	3	4
Số phòng thí nghiệm được giữ lại sau khi loại	33	33	32	34
Số phòng thí nghiệm bị loại ra	2	2	3	1
Số kết quả được chấp nhận	66	66	64	68
Giá trị trung bình	5,15	6,98	7,45	5,81
Giá trị độ lặp lại ($r = 2,8 s_r$)	0,07	0,06	0,06	0,09
Giá trị độ tái lập ($R = 2,8 S_R$)	0,37	0,25	0,32	0,33

THƯ MỤC TÀI LIỆU THAM KHẢO

[1] TCVN 6910-2 : 2001 (ISO 5725-2 : 1994) Độ chính xác (độ đúng và độ chụm) của phương pháp đo và kết quả đo. Phần 2: Phương pháp cơ bản xác định độ lặp lại và độ tái lập của phương pháp đo tiêu chuẩn.

[2] TCVN 6647 : 2007 (ISO 11464) Chất lượng đất – Xử lý sơ bộ mẫu để phân tích lý – hóa.