

**TCVN 5256 : 2009**

Xuất bản lần 2

**CHẤT LƯỢNG ĐẤT – PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH  
HÀM LƯỢNG PHOSPHO DỄ TIÊU**

*Soil quality – Method for determination of bio-available phosphorus*

**HÀ NỘI – 2009**

## Lời nói đầu

**TCVN 5256 : 2009** thay thế cho 5256 : 1990.

**TCVN 5256 : 2009** do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC 190 *Chất lượng đất* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

## Chất lượng đất – Phương pháp xác định hàm lượng phospho dễ tiêu

*Soil quality – Method for determination of bio-available phosphorus*

### 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng phospho dễ tiêu của đất dựa theo phương pháp Oniani.

### 2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi, bổ sung (nếu có).

TCVN 7538-1 (ISO 10381-1), *Chất lượng đất – Lấy mẫu – Phần 1: Hướng dẫn thiết kế chương trình lấy mẫu*;

TCVN 6647 (ISO 11464), *Chất lượng đất – Xử lý sơ bộ đất để phân tích hoá-lý*.

### 3 Nguyên lý

Dùng dung dịch axit sunfuric 0,05 mol/l hoà tan các dạng phospho dễ tiêu trong đất. Xác định hàm lượng phospho trong dịch chiết bằng phương pháp đo màu với "màu xanh molybden" dùng dung dịch thiếc (II) clorua làm chất khử.

### 4 Thiết bị và dụng cụ

Sử dụng các dụng cụ thông thường trong phòng thí nghiệm và các thiết bị dụng cụ sau:

4.1 Cân phân tích có sai số không quá 0,0001 g;

4.2 Cân kỹ thuật có sai số không quá 0,1 g;

4.3 Máy lắc;

**4.4 Máy so màu;**

**4.5 Bình tam giác dung tích 250 ml;**

**4.6 Bình định mức dung tích 50 ml, 1000 ml;**

**4.7 Phễu lọc có đường kính từ 5 cm đến 10 cm;**

**4.8 Pipet dung tích 1 ml, 2 ml, 5 ml, 10 ml;**

**4.9 Cốc chịu nhiệt dung tích 1000 ml;**

**4.10 Giấy lọc băng xanh**

**5 Hoá chất và thuốc thử**

**5.1 Hoá chất**

Khi phân tích, ngoại trừ trường hợp có những chỉ dẫn riêng, chỉ dùng các thuốc thử tinh khiết phân tích và nước cất hoặc nước tinh khiết tương đương.

- Axit sunfuric đậm đặc ( $d = 1,84$ ) ( $H_2SO_4$ );
- Amoni molybdat  $[(NH_4)_6Mo_7O_{24}.4H_2O]$
- Thiếc (II) clorua ( $SnCl_2.2H_2O$ );
- Thiếc kim loại (Sn);
- Axit clohydric (HCl);
- Kalidihydro photphat ( $KH_2PO_4$ ).

**5.2 Các dung dịch, thuốc thử**

**5.2.1 Dung dịch axit sunfuric 0,05 mol/l**

- Pha cẩn thận 2,8 ml axit sunfuric đậm đặc vào nước cất. Để nguội rồi thêm nước cất đến 1 000 ml.
- Xác định nồng độ chính xác của dung dịch axit sunfuric bằng dung dịch chuẩn natri hydroxit 0,1 mol/l, chỉ thị màu phenolftalein.
- Nồng độ axit sunfuric phải nằm trong khoảng từ 0,045 mol/l đến 0,055 mol/l. Nếu sai lệch phải điều chỉnh bằng dung dịch axit sunfuric 0,025 mol/l hoặc dung dịch natri hydroxit 0,5 mol/l

**5.2.2 Dung dịch amoni molybdat trong axit sunfuric 5 mol/l**

- Chuẩn bị dung dịch axit sunfuric: lấy một cốc chịu nhiệt 1000 ml có đựng sẵn 500 ml nước cất. Rót từ từ và vừa rót vừa khuấy 250 ml axit sunfuric đậm đặc ( $d = 1,84$ ). Để nguội dung dịch.
- Chuẩn bị dung dịch amoni molybdat: hoà tan 25 g amoni molybdat vào 200 ml nước cất đã được đun nóng ở 60 °C. Lọc rồi để nguội.

- Rót từ từ dung dịch amoni molybdat vào dung dịch axit sunfuric. Khuấy đều và để nguội. Sau đó thêm nước cất đến 1 000 ml.

### 5.3.3 Dung dịch chuẩn phospho

- Cân chính xác bằng cân phân tích 0,1917 g kalidihydro phosphat khô, hoà tan thành 1 000 ml dung dịch trong bình định mức bằng dung dịch axit sunfuric 0,05 mol/l thu được dung dịch có nồng độ  $P_2O_5$  là 0,1 mg/ml. Bảo quản lạnh trong lọ có màu.
- Pha loãng dung dịch chuẩn gốc 10 lần bằng dung dịch axit sunfuric 0,05 mol/l ta có dung dịch chuẩn sử dụng có nồng độ  $P_2O_5$  là 0,01 mg/ml.

### 5.3.4 Dung dịch thiếc (II) clorua

- Dùng cân phân tích cân 2,5 g thiếc (II) clorua cho vào cốc chịu nhiệt có sẵn 20 ml axit clohydric đậm đặc ( $d = 1,19$ ) thêm vào vài hạt thiếc kim loại và đun nhẹ. Sau đó để nguội và thêm nước cất đến 100 ml. Lọc lấy dịch trong. Dung dịch trong lọ màu tối và bảo quản lạnh. Dung dịch thiếc (II) clorua không bền, sau khi pha cần sử dụng ngay.
- Có thể chuẩn bị dung dịch thiếc (II) clorua từ thiếc kim loại: cân khoảng 0,15 g bột thiếc cho vào cốc đã đựng sẵn 4 ml axit clohydric đậm đặc ( $d = 1,19$ ) rồi đun cách thủy cho tan hết bột thiếc. Thêm nước thành 10 ml. Lọc lấy dịch trong.

## 6 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu

Lấy mẫu đất đại diện theo TCVN 7538-1 (ISO 10381-1)

Xử lý sơ bộ mẫu đất theo TCVN 6647 (ISO 11464).

## 7 Cách tiến hành

### 7.1 Chiết

Dùng cân kỹ thuật cân 4,0 g mẫu đất cho vào bình tam giác có dung tích 250 ml. Thêm 100 ml dung dịch axit sunfuric 0,05 mol/l. Lắc trong 5 min và lọc qua giấy lọc mịn (băng xanh). Nếu dịch lọc đục thì phải làm lại.

### 7.2 Hiện màu

- Dùng pipet hút 5 ml dịch lọc cho vào bình định mức 50 ml
- Thêm 20 ml đến 30 ml nước cất và sau đó thêm 2 ml dung dịch amoni molybdat trong axit sunfuric 5 mol/l.
- Lắc đều dung dịch và thêm 5 giọt dung dịch thiếc (II) clorua rồi thêm nước cất đến vạch.

**7.3** Đo màu của dung dịch trên máy so màu tại bước sóng 720 nm sau khi hiện màu không quá 10 phút.

#### 7.4 Lập thang chuẩn và đường chuẩn

Chuẩn bị 11 bình định mức dung tích 50 ml có đánh số thứ tự từ 0 đến 10. Dùng pipet lần lượt hút dung dịch chuẩn sử dụng ( $P_2O_5$  có nồng độ 0,01 mg/ml) vào các bình theo thể tích ghi trong bảng sau:

Số thứ tự	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Số ml dung dịch chuẩn	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
mg $P_2O_5$ /l	0	0,20	0,40	0,60	0,80	1,00	1,20	1,40	1,60	1,80	2,00

Sau đó lên màu và đo màu như với dung dịch phân tích (theo 6.2 và 6.3) và ghi mật độ quang từng mẫu chuẩn.

– Lập đường chuẩn: trực hoành ghi nồng độ của các dung dịch chuẩn, trục tung ghi mật độ quang tương ứng đo được. Xác định tọa độ từng mẫu chuẩn và vẽ đường chuẩn.

### 8 Tính toán kết quả

**8.1** Căn cứ mật độ quang đo được của từng dịch mẫu đất và dựa vào đường chuẩn suy ra nồng độ  $P_2O_5$  trong dịch so màu của đất.

Từng nồng độ  $P_2O_5$  trong dịch so màu của từng mẫu đất, tính lượng  $P_2O_5$  trong 100 g đất.

**8.2** Kết quả là trung bình cộng của ba lần xác định có sai lệch giá trị không quá 20 %.

### 9 Các yếu tố cản trở

**9.1** Hàm lượng ion  $Fe^{3+}$  trong dung dịch phân tích vượt quá 1,8 mg trong 50 ml dịch so màu sẽ cản trở sự tạo thành "màu xanh molybden". Trong trường hợp đó phải khử  $Fe^{3+}$  bằng các phương pháp khử thông thường như dùng axit ascorbic hay natri bisunfit.

**9.2** Nồng độ  $H^+$  ảnh hưởng mạnh đến mức độ tạo màu (pH thích hợp khoảng 4). Do đó cần tuân thủ nghiêm ngặt các quy định về nồng độ, lượng sử dụng các dung dịch axit.

**9.3** Sự tạo màu phụ thuộc thời gian, nhiệt độ và màu không bền. Do đó cần tiến hành đo màu các mẫu cùng điều kiện và nhiệt độ, thời gian sau khi hiện màu và phải đo màu không quá 10 phút sau khi hiện màu.

### 10 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm cần bao gồm những thông tin sau:

- Viện dẫn tiêu chuẩn này;
- Đặc điểm nhận dạng mẫu;

- Kết quả xác định hàm lượng phospho dễ tiêu;
  - Mọi thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này hoặc được coi là tùy chọn và các yếu tố có thể ảnh hưởng đến kết quả thử nghiệm.
-