

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.205 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 28/6/2017 Trang: 1/5
---	----------------------------------	--

XÁC ĐỊNH CÁC BON HỮU CƠ TỔNG SỐ TRONG
ĐẤT

PHƯƠNG PHÁP WALKLEY BLACK

Biên soạn	Xem xét	Phê duyệt
Trịnh Thị Minh Nguyệt	Trần Thái Vũ	Trần Thái Vũ

THEO DÕI SỬA ĐỔI TÀI LIỆU

STT	Vị trí	Nội dung sửa đổi	Ngày sửa đổi

A. TỔNG QUAN

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.205 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 28/6/2017 Trang: 2/5
---	----------------------------------	--

I. Phạm vi áp dụng.

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng các bon hữu cơ tổng số của đất theo phương pháp Walkley Black.

II. Tài liệu tham khảo.

TCVN 8941:2011 – Chất lượng đất – Xác định cacbon hữu cơ tổng số - phương pháp Walkley black

III. Nguyên tắc.

Oxy hóa các bon hữu cơ trong đất bằng dung dịch kali dicromat trong môi trường axit sunfuric đậm đặc. Chuẩn độ lượng dư kali dicromat bằng dung dịch muối Fe (II).

VI. Thông tin an toàn phòng thí nghiệm.

Nhân viên phân tích phải tuân thủ các quy định về an toàn khi làm việc trong phòng thí nghiệm sau:

- Phải mặc bảo hộ lao động khi làm việc trong phòng thí nghiệm: áo Blouse, găng tay, mắt kính và khẩu trang.
- Các hóa chất phải được để đúng nơi quy định.
- Các hóa chất phải được thao tác trong tủ hút.
- Các hóa chất thải phải được thu hồi vào bình thu hồi đúng chủng loại để chuyển giao cho đơn vị có chức năng xử lý.
- Tuân thủ các quy tắc về phòng chống cháy nổ trong công ty.

B. PHÂN TÍCH

I. Thiết bị và dụng cụ phân tích.

- Cân phân tích có độ chính xác: $\pm 0.1\text{mg}$
- Cân kỹ thuật có độ chính xác: $\pm 0.01\text{g}$
- Bình nón dung tích 100mL; 250mL
- Bình định mức, dung tích 50 ml, 100 ml và 1000 ml;
- Phễu lọc, có đường kính từ 5 cm đến 10 cm;
- Pipet, dung tích 1 ml, 2 ml, 5 ml, 10 ml;
- Cốc chịu nhiệt: dung tích 1000 ml,
- Giấy lọc chậm, Ø 110 mm.
- Bình phá mẫu, dung tích 100 ml
- Buret: 25ml, 50 ml.
- Máy đo pH

II. Hoá chất và chất chuẩn.

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.205 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 28/6/2017 Trang: 3/5
---	----------------------------------	--

1. Hoá chất.

- Nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.
- Axit sunfuric, ($d = 1,84$)
- Axit phosphoric, (H_3PO_4)
- Sắt (II) amoni sunfat (Muối Mohr), ($FeSO_4 (NH_4)_2SO_4 \cdot 6H_2O$)
- Kali dicromat, ($K_2Cr_2O_7$)
- Natri cacbonat, (Na_2CO_3)
- Bari diphenylamine sunfonat ($C_{24}H_{20}BaN_2O_6S_2$),
- N. Phenyllantranilic ($C_{13}H_{11}O_2N$),

2. Các dung dịch thuốc thử

- Dung dịch Kali dichromat ($K_2Cr_2O_7$) chuẩn 0,1667 mol/l: Cân chính xác 49,04 g kali dicromat đã sấy khô ở 105 °C, hòa tan vào khoảng 600 ml nước cất trong bình định mức dung tích 1000 ml. Khuấy đều. Định mức đến 1000 ml bằng nước cất.
- Sắt (II) amoni sunfat (muối Mohr) 0,5 mol/l: Cân 196 gam muối Mohr hòa tan với khoảng 600 ml nước cất trong bình định mức dung tích 1000 ml. Thêm từ từ 50 ml axit sunfuric. Để nguội và thêm nước cất đến vạch 1000 ml. Bảo quản trong bình kín tránh sự thâm nhập của oxy không khí. Nên kiểm tra nồng độ của dung dịch trước khi sử dụng.

3. Chỉ thị màu

Có thể sử dụng một trong các dung dịch chỉ thị màu sau:

- Chỉ thị màu Bari diphenylamine sunfonat 0,16 %: hòa tan 0,16 g chỉ thị trong 100 ml nước cất.
- Chỉ thị màu N. Phenyllantranilic 0,1 %: hòa tan 0,1 g chỉ thị và 0,1 g Na_2CO_3 trong 100 ml nước cất.

III. Kiểm soát QA/QC.

Trong mỗi đợt phân tích, nhân viên phân tích thực hiện các mẫu sau để kiểm soát chất lượng phân tích.

- Mẫu Blank hóa chất: thực hiện ít nhất 2 blank
- Mẫu Lặp

VI. xử lý mẫu.

<p>CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ</p>	<p>HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH</p>	<p>Mã số: HD.TN.205 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 28/6/2017 Trang: 4/5</p>
--	--	--

1. 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).

2. Cản trở và loại nhiễu

- Khi nhiệt độ môi trường thấp, nhiệt độ sinh ra do phản ứng tỏa nhiệt của axit sunfuric với dung dịch kali dicromat, có thể không đủ đảm bảo cho quá trình oxy hóa các chất hữu cơ. Khi đó, các tác động hỗ trợ nhiệt cho quá trình phân tích là cần thiết.
- Đối với các mẫu đất có chứa hàm lượng Cl^- cao ($\text{EC} > 0.5 \text{ mS/cm}$), có thể ảnh hưởng (làm tăng cao) kết quả xác định hàm lượng các bon hữu cơ. Để khắc phục hiện tượng này, đất cần được rửa mặn bằng nước cất với tỉ lệ 1:5. Sau đó, sấy khô đất và nghiền qua rây 0,25 mm.

3. Phương pháp tiến hành.

- Cân 0,5g mẫu đất trên cân phân tích đã đồng nhất, cho vào bình nón có dung tích 250 ml.
- Thêm chính xác bằng pipet 10 ml kali dicromat 0.1667M, lắc trộn đều đất và dung dịch.
- Thêm nhanh 20 ml axit sunfuric đậm đặc từ xylanh hoặc từ ống đong. Lắc đều hỗn hợp. Để yên trong 30 min.
- Thêm 100 ml nước và 10 ml axit photphoric đậm đặc, để nguội hỗn hợp (phải để thật nguội để tránh quá trình chuẩn độ Fe^{++} có thể bị oxy hóa bởi không khí).
- Thêm 0,3 ml chỉ thị và chuẩn độ dicromat dư bằng dung dịch muối Fe^{++}
- Tới gần điểm kết thúc màu trở nên xanh tím đậm, cần thiết nhỏ từng giọt và cẩn thận lắc đều cho đến khi màu đột ngột chuyển sang màu xanh lá cây sáng là kết thúc.

C. TÍNH TOÁN KẾT QUẢ.

1. Hàm lượng các bon hữu cơ tổng số (% OC) được tính theo Công thức (1):

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.205 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 28/6/2017 Trang: 5/5
---	----------------------------------	--

$$OC(\%) = \frac{(a-b) \times 0,4 \times c \times k}{m} \quad (1)$$

Trong đó:

- o a : Thể tích dung dịch muối Fe^{++} tiêu tốn khi chuẩn độ mẫu trắng.(mL)
- o b : Thể tích dung dịch muối Fe^{++} tiêu tốn khi chuẩn độ mẫu.(ml)
- o m : Lượng mẫu cân, tính bằng gam.(g)
- o c : Nồng độ mol của dung dịch Fe^{++} (đã được kiểm tra nồng độ).(mol/l)
- o k : Hệ số khô kiệt mẫu

$$0,4 = 3 \times 10^{-3} \times 100 \times 100/75$$

trong đó:

- 3 là khối lượng mol đương lượng của cacbon.
- 100 là hệ số quy đổi phần trăm
- 100/75 là hệ số điều chỉnh do quá trình oxy hóa carbon hữu cơ không triệt để

2. Hàm lượng chất hữu cơ tổng số (% OM) được chuyển đổi theo Công thức (2):

$$OM(\%) = 1,724 \times OC(\%) \quad (2)$$

D. KIỂM SOÁT DỮ LIỆU QA/QC

- ✓ Độ lặp của mẫu lặp không quá 10%

E. BÁO CÁO KẾT QUẢ.

Kết quả phân tích được báo cáo theo biểu mẫu BM.15.04b bao gồm các thông tin sau:

- Viện dẫn tiêu chuẩn này;
- Đặc điểm nhận dạng mẫu;
- Thời gian phân tích.
- Kết quả mẫu Blank.
- Mẫu lặp