

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.168 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 28/6/2017 Trang: 1/5
---------------------------------------------------	----------------------------------	--------------------------------------------------------------------------------

XÁC ĐỊNH NITƠ TỔNG TRONG ĐẤT
PHƯƠNG PHÁP KJELDAHL CẢI BIÊN

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.168 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 28/6/2017 Trang: 2/5
---------------------------------------------------	------------------------------------------	--------------------------------------------------------------------------------

I. 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.

II. Tài liệu tham khảo.

TCVN 6498: 1999 – Chất lượng đất – Xác định Nitơ tổng – Phương pháp Kjeldahl cải biên

III. Nguyên tắc.

Phương pháp này dựa trên cơ sở chưng cất Kendan (Kjeldahl) nhưng thay xúc tác selen bằng xúc tác titan dioxit (TiO_2).

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.
- Cốc chịu nhiệt: dung tích 1000 ml,
- Hệ thống phá mẫu Kjeldahl
- Bộ cất mẫu
- Chú thích 2 - Các ống thủy tinh đặt trong các lỗ được khoan trên một khối nhôm là thích hợp.
- MicroBuret, chia độ 0,01 ml

II. Hoá chất và chất chuẩn.

1. Hoá chất.

- Nước cất DI hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.168 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 28/6/2017 Trang: 3/5
---------------------------------------------------	----------------------------------	--------------------------------------------------------------------------------

- Axit sunfuric, ($d = 1,84$)
- Axit Salixilic
- NaOH
- Kali sunfat
- Natri thiosulfat
- Titan dioxit
- Acid Boric
- Ethanol
- Bromocresol xanh

2. Các dung dịch thuốc thử

Tất cả các thuốc thử phải đạt độ tinh khiết phân tích và được pha với nước cất DI.

- Axit salixilic/axit sunfuric: Hoà tan 25 g axit salixilic trong 1 lit axit sunfuric đậm đặc ($\rho = 1,84 \text{ g/cm}^3$).
- Hỗn hợp xúc tác kali sunfat: Nghiền và trộn kỹ hỗn hợp 200 g kali sunfat , 6 g đồng (II) sunfat ngâm 5 phân tử nước và 6 g titan dioxit có cấu trúc tinh thể anatax.
- Natri thiosunfat ngâm năm phân tử nước: Nghiền tinh thể thành bột mịn, chuyển qua rây có cỡ lỗ 0,25 mm.
- Natri hidroxit , $c(\text{NaOH}) = 10 \text{ mol/l}$: Hoàn tan 400g NaOH trong 1L nước DI.
- Dung dịch axit boric $\rho(\text{H}_3\text{BO}_3) = 20 \text{ g/l}$: hòa tan 20g acid Boric trong 1L nước.
- Axit sunfuric, $c(\text{H}^+) = 0,01 \text{ mol/l}$: Hòa tan 0.5mL dung dịch H_2SO_4 ($\rho = 1,84 \text{ g/cm}^3$) trong bình định mức 1L, định mức bằng nước cất DI đến vạch.

3. Chỉ thị hỗn hợp

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

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
- Mẫu Lặp
- Mẫu QC

VI. xử lý mẫu.

1. Chuẩn bị mẫu.

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

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.168 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 28/6/2017 Trang: 4/5
---------------------------------------------------	----------------------------------	--------------------------------------------------------------------------------

- 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°C).

2. Phương pháp 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. Thêm vào 4 ml axit salixilic axit sunfuric đậm đặc 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 ngâm 5 phân tử nước qua một phễu khô có cuống phễu cắm sâu đến bầu của bình cất và đun cẩn thận hỗn hợp trên bếp phá mẫu đến khi hỗn hợp ngừng sủi bọt.
- Sau đó làm nguội bình, thêm vào 1,1 g hỗn hợp xúc tác Kali sulfat 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 30 -50 ml nước vào. Sau đó xoay tròn bình để chuyển toàn bộ phần không tan về dạng huyền phù và đưa vào thiết bị cất. Thêm 20 ml axit boric (20g/L) vào bình nón 100ml 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 30 ml natri hidroxit 10M vào phễu của thiết bị cất và mở khóa để dung dịch kiềm 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 rồi chuẩn độ bằng axit HCl 0.01M 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 đạt khoảng 100 ml.
- Tiến hành phép thử trắng như trên nhưng không có mẫu đất. Ghi lại lượng axit HCl chuẩn độ cho mẫu trắng và mẫu đất.

Lưu ý: Nếu hàm lượng axit dùng để chuẩn độ hết <2mL thì phải dùng microburet để tăng độ chính xác của phương pháp.

C. TÍNH TOÁN KẾT QUẢ.

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.168 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 28/6/2017 Trang: 5/5
---------------------------------------------------	----------------------------------	--------------------------------------------------------------------------------

Hàm lượng nitơ tổng được tính bằng miligam trên gam được tính theo công thức sau

$$\text{Hàm lượng nitơ tính theo (mg/g)} = \frac{(V_1 - V_0) \times 14 \times c[H^+]}{m} \times \frac{100 + w_{H_2O}}{100}$$

$$\text{Hoặc hàm lượng nitơ tính theo (\%)} = \frac{(V_1 - V_0) \times 14 \times c[H^+]}{m \times 10} \times \frac{100 + w_{H_2O}}{100}$$

trong đó

- o V_1 : Thể tích của dung dịch axit sunfuric dùng để chuẩn độ mẫu. (mL)
- o V_0 : Thể tích của dung dịch axit sunfuric dùng để chuẩn mẫu trắng. (mL)
- o $c[H^+]$: nồng độ của HCl
- o M_N : Khối lượng mol của nitơ tính bằng gam trên mol (=14);
- o m : Khối lượng của mẫu đất được làm khô ngoài không khí.(g)
- o w_{H_2O} : 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).

D. KIỂM SOÁT DỮ LIỆU QA/QC

- ✓ Mẫu Blank không phát hiện hoặc phát hiện < LOD
- ✓ Độ lặp của mẫu lặp

Hàm lượng Nitơ tổng < 2mg/g (0.2%)	Hàm lượng Nitơ tổng > 2mg/g (0.2%)
≤ 15%	≤ 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 và mẫu.
- Kết quả được làm tròn đến 2 chữ số sau dấu phẩy