

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	<b>HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH</b>	Mã số: HD.TN.208 Ngày ban hành:02 Lần ban hành:28/6/2017 Trang: <b>1/6</b>
---	--	---

**XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG NITƠ DỄ TIÊU TRONG ĐẤT**  
**DETERMINATION OF BIO – AVAILABLE NITROGEN IN SOIL**

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**
- I. Phạm vi áp dụng.**

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.208 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 28/6/2017 Trang: 2/6
---	----------------------------------	--

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định hàm lượng nitơ dễ tiêu trong đất bằng phương pháp chưng cất

## II. Tài liệu tham khảo.

TCVN 5255: 2009 – Chất lượng đất – phương pháp xác định hàm lượng Nitơ dễ tiêu

## III. Nguyên tắc.

Dùng dung dịch kali clorua 1 mol/l để chiết các dạng nitơ dễ tiêu của đất, khử nitrat bằng hỗn hợp Devarda và sau đó chưng cất dịch chiết với natri hydroxyt trong bộ cất micro Kendan. Hấp thụ amoniac bằng dung dịch axit boric và xác định hàm lượng nitơ bằng cách chuẩn độ với dung dịch chuẩn axit clohydric.

## 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, gang 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:  $\pm 0.01\text{g}$
- Bộ cất nitơ Kjendalh;
- Phễu lọc, đường kính từ 8 cm đến 10 cm;
- Bình tam giác, dung tích 100 ml, 250 ml;
- Pipet bầu, dung tích 20 ml sai số  $\pm 0,1\text{ ml}$ ;
- Buret, dung tích 25 ml, hoặc 50 ml sai số  $\pm 0,1\text{ ml}$ ;
- Máy lắc;
- Bình hút ẩm;
- Bình định mức, dung tích 1000 ml.
- Máy cất nước khử Ion

### II. Hoá chất và chất chuẩn.

#### 1. Hoá chất.

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.208 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 28/6/2017 Trang: 3/6
---	----------------------------------	--

- Nước cất hai lần khử ion (DI)
- Kali clorua (KCl);
- Axit boric ( $\text{H}_3\text{BO}_3$ );
- Bột kẽm (Zn);
- Bột nhôm (Al);
- Bột đồng (Cu);
- Axit clohydric (HCl);
- Các chỉ thị màu: phenolftalein, metyl đỏ, 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.

- Dung dịch kali clorua 1 mol/l: Dùng cân kỹ thuật (4.2) cân 74 g kali clorua, thêm nước cất không có nitơ đến 1000 ml.
- Dung dịch axit boric 2 %:
  - ✓ Dùng cân kỹ thuật cân 20 g axit boric cho vào bình định mức đã đựng sẵn 700 ml nước cất không có nitơ dạng amoni ( $\text{NH}_4^+$ ). Khuấy cho tan hết và để nguội; chuyển vào bình định mức 1 000 ml đựng sẵn 200 ml chỉ thị màu hỗn hợp. Lắc trộn đều.
  - ✓ Điều chỉnh môi trường bằng cách nhỏ từng giọt dung dịch natri hydroxit 10 % cho đến khi màu của dung dịch còn hơi đỏ tía.
  - ✓ Pha thêm nước cất không có nitơ dạng amoni cho đến vạch định mức. Lắc đều và chuyển qua đựng trong bình kín có màu tối.
- Hỗn hợp Devarda: trộn đều các bột kim loại kẽm, đồng, nhôm mịn và khô theo tỷ lệ khối lượng 5 : 50 : 45. Bảo quản hỗn hợp trong bình hút ẩm.
- Dung dịch natri hydroxyt (NaOH) 10 mol/l hoặc 40 %: Hòa tan 400g NaOH trong 600mL nước
- Dung dịch axit clohydric 0,01 mol/l: pha từ các ống tiêu chuẩn bằng nước cất không có nitơ dạng amoni trong bình định mức 1 000 ml.

## 3. Chỉ thị hỗn hợp.

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.208 Ngày ban hành:02 Lần ban hành:28/6/2017 Trang: 4/6
---	----------------------------------	--

- Chỉ thị màu phenolftalein: Dùng cân phân tích cân 0,1 g phenolftalein pha thành 100 ml bằng etanol 70 %.
- Chỉ thị màu hỗn hợp metyl đỏ và bromocresol xanh:
  - ✓ Dùng cân phân tích cân 0,66 g metyl đỏ pha thành 100 ml với etanol 95 %.
  - ✓ Dùng cân phân tích (4.1) cân 0,99 g bromocresol xanh pha thành 100 ml với etanol 95 %.
  - ✓ Trộn 2 dung dịch chỉ thị màu theo tỷ lệ 1 : 1 thể tích.

### 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 Lập
- Thực hiện mẫu QC để kiểm tra độ kín của hệ cất như sau:
  - ✓ Cho vào bình chưng cất 20,0 ml dung dịch amoni clorua nồng độ 100mg/L và sau đó cho 20,0 ml natri hydroxit 40% rồi chưng cất cho đến khi hết amoniac.
  - ✓ Phòng chuẩn bị mẫu và chưng cất không được có khí amoniac.
  - ✓ Phải tiến hành chưng cất mẫu trắng với mỗi lần xác định.

### VI. xử lý mẫu.

#### 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. Phương pháp tiến hành.

##### a. Chiết mẫu

Cân 20,0 g mẫu đất cho vào bình tam giác có dung tích 250 ml, thêm vào 40 ml dung dịch kali clorua 1 mol/l. Lắc trong 1 giờ và lọc lấy dịch trong.

##### b. Chưng cất nitơ

Lắp bộ chưng cất nitơ micro Kendan; đuôi ống ngưng lạnh ngập trong 20 ml dung dịch axit boric 2 % đựng trong bình tam giác dung tích 100 ml.

##### c. Chưng cất nitơ dạng amoni

- Dùng pipét hút 20,0 ml dịch lọc cho vào bình chưng cất nitơ.
- Thêm khoảng 20 ml nước cất và vài giọt chỉ thị phenolftalein.
- Thêm từ từ dung dịch natri hydroxyt 40% đến khi dung dịch xuất hiện màu hồng.

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH	Mã số: HD.TN.208 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 28/6/2017 Trang: 5/6
---	----------------------------------	--

- Cho nước chảy qua ống ngưng lạnh và đun bình chưng cất nitơ. Thời gian cất khoảng 5 phút kể từ khi sôi dịch.
- Sau khi chưng cất hết amoniac (có thể thử bằng giấy tẩm thuốc Netle trên luồng hơi ở cuối ống ngưng lạnh) thì ngưng chưng cất và chuẩn độ lượng nitơ thông qua lượng amoni borat được tạo thành trong axit boric bằng dung dịch axit clohydric 0,01 mol/l cho đến khi mẫu chuyển từ xanh sang hơi đỏ tía.

d. Chưng cất nitơ dạng amoni và nitrat

Tiến hành như (B.VI.2.b) nhưng ở bước thứ ba đồng thời thêm dung dịch natri hydroxyt và thêm 0,2 g hỗn hợp Devarda.

e. Chưng cất riêng nitơ dạng amoni nitrat

Nitơ dạng nitrat có thể tính được là hiệu của nitơ hai dạng amoni cộng với nitrat với nitơ dạng amoni. Cũng có thể chưng cất riêng tiến hành như (B.VI.2.b) nhưng sau khi chưng cất hết nitơ dạng amoni thì thay bình tam giác đựng 20 ml axit boric khác và thêm 0,2 g hỗn hợp Devarda vào bình chưng cất và tiếp tục đun bình chưng cất cho đến khi hết amoniac. Chuẩn độ nitơ qua lượng amoni borat tạo thành trong axit boric bằng dung dịch axit clohydric 0,01 mol/l.

f. Chưng cất mẫu trắng

Tiến hành chưng cất mẫu trắng như (B.VI.2b), thay 20,0 ml dịch lọc bằng 20,0 ml dung dịch kali clorua 1 mol/l.

g. Chuẩn độ lại HCl 0.01M

- Nếu dùng acid HCL 0.01M chuẩn thì không cần chuẩn lại nhưng nếu pha thì phải chuẩn độ như sau:
- Chuẩn độ lại acid HCl 0.01M bằng 10mL Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 0.01N đến pH=4.5±0.05 hoặc có thể dùng hỗn hợp chỉ thị bromocresol xanh – methyl đỏ chuẩn độ đến mất màu xanh.
- Hoặc chuẩn độ acid HCl bằng borax với chỉ thị Bromocresol xanh màu chuyển từ vàng nhạt sang màu xanh.

### C. TÍNH TOÁN KẾT QUẢ.

Tính hàm lượng nitơ dễ tiêu của đất (X) tính bằng miligam trong 100 g đất theo công thức sau:

$$X(\text{mg}/100\text{g}) = \frac{(V - V_o)c \times 14 \times 100}{G}$$

CÔNG TY TNHH MTV KHOA HỌC CÔNG NGHỆ HOÀN VŨ	<b>HƯỚNG DẪN CÔNG VIỆC PHÂN TÍCH</b>	Mã số: HD.TN.208 Ngày ban hành: 02 Lần ban hành: 28/6/2017 Trang: 6/6
---	--	--

Trong đó:

- o  $V$  là thể tích dung dịch axit clohydric chuẩn đã dùng khi chuẩn độ dịch lọc, tính bằng mililit.
- o  $V_0$  là thể tích dung dịch axit clohydric chuẩn đã dùng khi chuẩn độ mẫu trắng, tính bằng mililit.
- o  $c$  là nồng độ của axit clohydric tính bằng mol trên lít.
- o  $G$  là khối lượng đất ứng với dịch lọc, tính bằng gam.
- o  $K$  là hệ số khô tuyệt đối của đất.
- o 14 là phân tử lượng của nitơ.
- o 100 là hệ số quy về 100 gam đất.

**D. KIỂM SOÁT DỮ LIỆU QA/QC**

- ✓ Hiệu suất thu hồi mẫu QC kiểm tra độ kín:
- ✓ Mẫu Blank không phát hiện hoặc phát hiện  $< LOD$
- ✓ Độ lệch chuẩn của các mẫu lặp không vượt quá 10%
- ✓ Mẫu cất kiểm tra độ kín của hệ thống chưng cất phải  $> 99\%$

**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