

ĐẤT TRỒNG TRỌT	TCVN 5256-90
Phương pháp xác định hàm lượng phốtpho dễ tiêu	
Cultivated soil	Khuyến
Determination of available	khích
phosphorus	áp
	dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định photpho dễ tiêu của đất ngập nước dựa theo phương pháp Onisni.

1. Nguyên tắc

Dùng dung dịch axit sunfuric 0,1N hoà tan các dạng photpho dễ tiêu trong đất. Xác định hàm lượng photpho trong dịch rút bằng phương pháp đo màu quang điện với "màu xanh molybden" dùng thiếc II clorua làm chất khử.

2. Dụng cụ và hóa chất

2.1. Dụng cụ

- Cân phân tích có sai số không quá 0,0001g
- Cân kỹ thuật có sai số không quá 0,1g
- Máy lắc
- Máy đo màu quang điện
- Bình tam giác 250 cm³
- Bình định mức 50, 1000cm³
- Phễu lọc Ø = 5 - 10cm
- Pipét 1,2, 5, 10cm³
- Cốc chịu nhiệt 1000cm³.

2.2. Hóa chất

- Axit sunfuric TKPT
- Amon molybdat TKPT
- Thiếc 2 clorua TKPT

- Thiếc kim loại (Sn) TKPT
- Axit clohydric TKPT
- Kalidihydro photphat TKPT

2.3. Các dung dịch, thuốc thử

2.3.1. Dung dịch axit sunfuric 0,1N

- Pha cẩn thận 2,8cm³ axit sunfuric đậm đặc (d = 1,84) vào nước cất. Để nguội rồi thêm nước cất đến 1dm³.
- Xác định nồng độ chính xác của dung dịch axit sunfuric bằng dung dịch tiêu chuẩn natri hydroxit 0,1N, chỉ thị màu phenoltalain.

- Nồng độ axit sunfuric phải đảm bảo khoảng 0,09N-0,11N. Nếu sai lệch phải điều chỉnh bằng dung dịch axit sunfuric 0,5N hoặc dung dịch natri hydroxit 0,5N.

2.3.2. Dung dịch amonmôlypdat trong axit sunfuric 10N;

- Chuẩn bị dung dịch axit sunfuric: Lấy một cốc chịu nhiệt 1000cm³ có đựng sẵn 500cm³ nước cất. Rót cẩn thận và vừa rót vừa khuấy vào đó 250cm³ axit sunfuric đậm đặc (d = 1,84). Để nguội dung dịch.

- Chuẩn bị dung dịch amonmôlypdat: hòa tan 25g amonmôlypdat vào 200cm³ nước cất đã được đun nóng ở 60°C. Lọc và để nguội.

- Rót từ từ dung dịch amon molypdat vào dung dịch axit sunfuric. Khuấy đều và để nguội. Sau đó thêm nước cất đến 1dm³.

2.3.3. Dung dịch tiêu chuẩn photpho:

- Cân chính xác bằng cân phân tích 0,1917g kali dihydro photphat tinh khiết và khô, hòa tan thành 1dm³ dung dịch trong bình định mức bằng dung dịch axit sunfuric 0,1N.

Dung dịch chuẩn gốc thu được có nồng độ $0,1\text{mg P}_2\text{O}_5/\text{cm}^3$.
Bảo quản lạnh trong lọ có màu.

- Pha loãng dung dịch chuẩn gốc 10 lần bằng dung dịch axit sunfuric $0,1\text{N}$ ta có dung dịch chuẩn sử dụng có nồng độ $0,01\text{mg P}_2\text{O}_5 / \text{cm}^3$.

2.3.4. Dung dịch thiếc II clorua

- Cân 25% thiếc II clorua ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) cho vào cốc chịu nhiệt có sẵn 20cm^3 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 100cm^3 . Lọc lấy dịch trong. Dung dịch trong lọ màu và bảo quản lạnh. Thiếc II clorua không bền, sau khi pha được sử dụng ngay.

- Có thể điều chế thiếc II clorua từ thiếc kim loại: cân khoảng $0,15\text{g}$ bột thiếc cho vào cốc đã đựng sẵn 4cm^3 axit clohydric đậm đặc ($d = 1,19$) rồi đun cách thủy cho tan hết bột thiếc. Thêm nước thành 10cm^3 . Lọc lấy dịch trong.

3. Chuẩn bị thử

Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu theo TCVN 4046-85;
TCVN 4047-85

4. Tiến hành thử

4.1. Rút dịch: cân bằng cân kỹ thuật $4,0\text{g}$ mẫu đất cho vào bình tam giác có dung tích 250cm^3 . Cho vào đây 100cm^3 dung dịch axit sunfuric $0,1\text{N}$. Lắc 5 phút và lọc.

4.2. Hiện màu :

- Dùng pipet hút $5,0\text{cm}^3$ dịch lọc cho vào bình định mức 50cm^3 .

- Thêm $20 - 30\text{cm}^3$ nước cất và sau đó thêm 2cm^3 dung dịch amon molipdat trong axit sunfuric 10N .

Trang 4/ 5 TCVN 5256-90

- Đao đều dung dịch và thêm 5 giọt dung dịch thiếc II clorua rồi thêm nước cất đến vạch .

4.3. Đo màu của dịch trên máy đo màu quang điện dùng kính lọc màu đỏ sau khi hiện màu không quá 10 phút.

4.4. Lập thang chuẩn và đồ thị chuẩn:

Chuẩn bị 11 bình định mức dung tích 50cm^3 có đánh số thứ tự từ 0 đến 10. Dùng pipet lần lượt hút dung dịch tiêu chuẩn sử dụng (có nồng độ $0,1\text{mg P}_2\text{O}_5/\text{cm}^3$) 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 cm^3	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
đd tiêu chuẩn	!	!	!	!	!	!	!	!	!	!	!
$\text{mgP}_2\text{O}_5/\text{dm}^3$	!	!	!	!	!	!	!	!	!	!	!
dịch so màu	0	0,20	0,40	0,60	0,80	1,00	1,20	1,40	1,60	1,80	2,00
	!	!	!	!	!	!	!	!	!	!	!

Sau đó hiện màu và đo màu như với dịch lọc từ đất (theo 5.2 và 5.3) và ghi mật độ quang từng mẫu tiêu chuẩn.

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

5. Tính kết quả

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

- Từ nồng độ P_2O_5 trong dịch so màu của từng mẫu đất tính số mg P_2O_5 trong 100g đất.

5.2. Kết quả là trung bình cộng của 3 lần xác định có sai lệch giá trị không quá 20%.

6. Các yếu tố cản trở cần chú ý

6.1. Hàm lượng ion Fe^{3+} trong dịch rút vượt quá 1,8mg trong 50 cm³ 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 ...

6.2. Nồng độ H^+ ảnh hưởng sâu sắc đến mức độ tạo màu. Do đó cần tuân thủ nghiêm ngặt các qui định về nồng độ, lượng sử dụng các dung dịch axit.

6.3. 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.
