

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN VIỆT NAM**

**TCVN 6644: 2000**

**ISO 14235 : 1998**

**CHẤT LƯỢNG ĐẤT – XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG  
CACBON HỮU CƠ BẰNG CÁCH OXI HOÁ  
TRONG MÔI TRƯỜNG SUNFOCHROMIC**

*Soil quality – Determination of organic carbon  
by sulfochromic oxidation*

**HÀ NỘI -2000**

## **Lời nói đầu**

TCVN 6644 : 2000 hoàn toàn tương đương với ISO 14235 : 1998.

TCVN 6644 : 2000 do Ban Kỹ thuật Tiêu chuẩn TCVN/TC 190  
Chất lượng đất biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất  
lượng đề nghị, Bộ Khoa học, Công nghệ và Môi trường ban hành

## Chất lượng đất – Xác định hàm lượng cacbon hữu cơ bằng cách oxi hoá trong môi trường sunfocromic

*Soil quality - Determination of organic carbon by sulfochromic oxidation*

### 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp quang phổ để xác định hàm lượng cacbon hữu cơ trong đất bằng cách oxi hoá trong môi trường sunfocromic.

Tiêu chuẩn này có thể áp dụng cho tất cả các loại mẫu đất được làm khô trong không khí.

Tiêu chuẩn này không áp dụng cho các loại đất chứa các thành phần khử khoáng, thí dụ  $\text{Cl}^-$  hoặc  $\text{Fe}^{2+}$ . Qui ước hàm lượng clorua trong phần mẫu thử không vượt quá 2 mg.

### 2 Tiêu chuẩn trích dẫn

TCVN 4851 - 89 (ISO 3696 : 1987) Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm - Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử.

TCVN 6642 : 2000 (ISO 10694 : 1995), Chất lượng đất - Xác định hàm lượng cacbon hữu cơ và cacbon tổng số sau khi đốt khô (phân tích nguyên tố).

TCVN 6647 : 2000 (ISO 11464 : 1994), Chất lượng đất - Xử lý sơ bộ mẫu để phân tích lý hoá.

TCVN 6648 : 2000 (ISO 11465 : 1993), Chất lượng đất - Xác định chất khô và hàm lượng nước theo khối lượng - Phương pháp khối lượng.

### 3 Nguyên tắc

Cacbon hữu cơ có trong đất bị oxi hoá trong hỗn hợp dung dịch kali dicromat (có dư) và axit sunfuric ở nhiệt độ 135°C. Các ion dicromat trong dung dịch có màu đỏ da cam, bị khử về ion  $\text{Cr}^{3+}$  đổi màu dung dịch thành xanh lá cây. Cường độ của màu xanh lá cây được đo bằng quang phổ. Giả sử oxi hoá một nguyên tử cacbon

## TCVN 6644 : 2000

của chất hữu cơ tạo ra bốn điện tử, ở đây có một mối quan hệ trực tiếp giữa  $Cr^{3+}$  được hình thành và khối lượng cacbon hữu cơ. Phương pháp này được hiệu chuẩn bằng glucoza dùng làm nguồn cho cacbon oxi hoá.

Chú thích - Một lượng clorua 2 mg có trong mẫu thử tương ứng với hàm lượng cacbon khoảng 0,7 mg.

### 4 Thuốc thử

Chỉ sử dụng thuốc thử đạt độ tinh khiết phân tích và sử dụng nước cất hoặc nước đã khử ion cho tất cả các dung dịch.

4.1 Nước, có độ dẫn điện riêng không lớn hơn 0,2 mS/m ở 25°C (nước đạt chất lượng cấp 2 của TCVN 4851 - 89 (ISO 3696)).

4.2 Axit sunfuric đậm đặc  $H_2SO_4$  ( $\rho = 1,84 \text{ g/cm}^3$ ).

4.3 Dung dịch kali dicromat,  $c(K_2Cr_2O_7) = 0,27 \text{ mol/l}$ .

Hoà tan 80 g kali dicromat ( $K_2Cr_2O_7$ ) trong 800 ml nước (4.1) trong một bình định mức dung tích 1 000 ml và thêm nước (4.1) cho đến vạch.

**Cảnh báo - Ion cromat có trong kali dicromat là một chất độc tiềm tàng. Nhân viên phòng thí nghiệm làm việc với hoá chất này nên có phòng ngừa thích hợp để tránh tiếp xúc, hoặc nuốt phải hoá chất này, cần tuân theo các qui định an toàn quốc gia hoặc quốc tế. Các qui định như vậy có thể đề cập đến vấn đề loại bỏ các dung dịch chứa dicromat, vì chúng có thể gây hại đến môi trường. Nếu còn nghi ngờ, xin lời khuyên của nhà chuyên môn.**

4.4 Glucoza, khan,  $C_6H_{12}O_6$

### 5 Thiết bị, dụng cụ

5.1 Dụng cụ thuỷ tinh của phòng thí nghiệm chuẩn.

5.2 Cân phân tích, có thể cân chính xác đến 0,1 mg.

5.3 Ống thuỷ tinh định mức, có dung tích 75,0 ml  $\pm$  0,2 ml, lắp khít được với khối đốt nóng (5.4).

5.4 Khối đốt nóng, có thể duy trì nhiệt độ đồng nhất ở 135°C  $\pm$  2°C

Khối này được khoan các lỗ sao cho, nếu h là chiều cao của dung dịch sunfocromic trong ống (5.3), tính bằng milimet, thì độ sâu của các lỗ phải ít nhất là (h + 10) mm và phần trên của ống nhô cao khỏi lỗ ít nhất là 150 mm. Đo nhiệt độ của các ống chứa dung dịch oxi hoá và để nhiệt kế trong các lỗ của khối. Để làm giảm tối thiểu tính không đồng nhất của nhiệt độ trong khối, tất cả các lỗ không có ống chứa mẫu phải thay bằng ống chứa 15 ml axit sunfuric (4.2).

5.5 Máy ly tâm.

5.6 Bộ lọc sợi thuỷ tinh.

- 5.7 Pipet tự động.
- 5.8 Quang phổ kế, được trang bị cuvet 10 mm và được điều chỉnh tới bước sóng 585 nm.
- 5.9 Nồi cách thủy.

## 6 Mẫu thí nghiệm

Sử dụng các mẫu đất được làm khô trong không khí, có phần cỡ hạt < 2 mm đã được xử lý theo TCVN 6647 : 2000 (ISO 11464). Sử dụng phần mẫu này để xác định hàm lượng nước theo TCVN 6648 : 2000 (ISO 11465). Để xác định cacbon, các mẫu con đọt diện cho mẫu thí nghiệm phải được nghiền nhỏ cho đến khi lọt qua rây có lỗ 250  $\mu\text{m}$  phù hợp với TCVN 6647 : 2000 (ISO 11464).

## 7 Cách tiến hành

### 7.1 Khái quát

Hiệu quả của việc oxi hoá phụ thuộc vào khối lượng của phần mẫu thử, cũng như khối lượng cacbon trong đó, ngay cả khi kali dicromat có dư. Kinh nghiệm cho thấy rằng, trong các điều kiện của tiêu chuẩn này, khối lượng cacbon trong phần mẫu thử không vượt quá 20 mg. Do đó khối lượng phần mẫu thử phải phù hợp với bảng 1.

**Bảng 1 - Khối lượng phần mẫu thử liên quan với hàm lượng cacbon dự đoán trong đất**

Hàm lượng cacbon dự đoán g/kg	0 đến 4	40 đến 80	80 đến 160	160 đến 400	>400
Khối lượng phần mẫu thử, mg	400 đến 500	200 đến 250	100 đến 125	45 đến 50	20 đến 25

### 7.2 Ôxi hoá

Chuyển phần mẫu thử sang ống định mức (5.3). Dùng pipet (5.7), trước hết lấy 5,0 ml dung dịch dicromat (4.3) và sau đó lấy 7,5 ml axit sunfuric (4.2). Làm đồng nhất một cách cẩn thận.

Đặt các ống này vào khối đốt nóng (5.4), khối này nên làm nóng trước đến nhiệt độ 135°C. Để các ống này trong khối đốt nóng 30 phút, sau đó lấy ra và làm nguội nhanh đến nhiệt độ phòng trong nồi cách thủy (5.9). Thêm từ từ vào mỗi ống 50ml nước (4.1) và làm nguội nhanh một lần nữa trên nồi cách thủy. Chuyển lượng chứa trong ống sang bình định mức dung tích 100 ml, thêm nước cho đến vạch và lắc thật kỹ.

Để yên trong 1 h. Gạn lấy phần nổi cho vào ống ly tâm và chạy máy ly tâm (5.5) trong 10 phút ở **2000 g**. Nếu các hạt rắn vẫn giữ lại trong huyền phù sau khi ly tâm, lọc lấy phần nổi lên trên (5.6).

**Chú ý :** Việc thêm nước vào dung dịch axit sunfuric là rất nguy hiểm cũng giống như sử dụng với dung dịch dicromat. Cách bảo vệ thích hợp là : thí dụ, dùng găng tay, mặt nạ an toàn hoặc kính bảo hộ và áo choàng phòng thí nghiệm. Nếu còn nghi ngờ, xin lối khuyên của nhà chuyên môn.

### 7.3 Chuẩn bị các dãy chuẩn

Chuẩn bị các dãy chuẩn theo bảng 2 bằng cách hoà tan khối lượng glucoza dự định trong 5,00 ml dung dịch dicromat (4.3) vào một loạt các ống định mức dung tích 100 ml và lắc cho đến tan hoàn toàn.

Thêm 7,5 ml axit sulfuric như trong 7.2 và tiếp tục giai đoạn phân huỷ tương ứng. Dung dịch này hoàn toàn trong và không cần phải ly tâm hoặc lọc. Nếu không được như vậy, thì do việc phân huỷ sai và phải tiến hành lại.

**Bảng 2 - Các dãy chuẩn của glucoza trong dung dịch dicromat**

Số thứ tự ống	Khối lượng glucoza g	Hàm lượng cacbon trong 5 ml dung dịch mg
1	0,00	0
2	0,25	5
3	0,50	10
4	0,75	15
5	1,00	20

### 7.4 Đo

Đo độ hấp thụ (5.8) của các dung dịch ở bước sóng 585 nm theo thứ tự sau : các dãy chuẩn, mẫu trắng và các mẫu đất. Đảm bảo rằng giữa các mẫu khác nhau không bị nhiễm lẫn chéo.

Dùng đường chuẩn và xác định khối lượng cacbon hữu cơ trong mẫu trắng và trong mẫu đất.

## 8 Tính hàm lượng cacbon hữu cơ

Tính hàm lượng cacbon hữu cơ trên cơ sở đất khô kiệt theo công thức :

$$W_{oc} = (a/m) \cdot [(100 + w)/100]$$

trong đó

$W_{oc}$  là hàm lượng cacbon hữu cơ của đất theo đất khô kiệt, tính bằng gam trên kilogram;

$a$  là khối lượng cacbon hữu cơ có trong phần mẫu thử, tính bằng miligam;

$m$  là khối lượng mẫu thử, tính bằng gam;

$w$  là hàm lượng nước, được biểu thị bằng phần trăm theo khối lượng khô, xác định theo TCVN 6648 : 2000 (ISO 11465).

Chú thích — So sánh các phép xác định cacbon theo phương pháp này và phương pháp trong TCVN 6642 : 2000 (ISO 10694) thấy rằng, trong nhiều loại mẫu đất 95% cacbon hữu cơ tổng số có mặt đã bị oxi hoá.

Hàm lượng chất hữu cơ của mẫu đất có thể tính được từ hàm lượng cacbon hữu cơ theo công thức :

$$W_{om} = f \cdot W_{oc}$$

trong đó

$W_{om}$  là hàm lượng chất hữu cơ của đất trên cơ sở đất khô kiệt, tính bằng gam trên kilogram;

$W_{oc}$  là hàm lượng cacbon hữu cơ của đất trên cơ sở đất khô kiệt, tính bằng gam trên kilogram;

$f$  là hệ số chuyển đổi, giá trị của nó phụ thuộc vào loại chất hữu cơ có trong mẫu và có thể biến thiên từ 1,7 đến 2,5 đối với đất nông nghiệp.

## 9 Độ lặp lại

Độ lặp lại của phép xác định hàm lượng cacbon hữu cơ thu được trong hai lần đo độc lập liên tiếp phải thoả mãn các điều kiện nêu trong bảng 3.

**Bảng 3 - Độ lặp lại**

Hàm lượng cacbon, g/kg		Sự biến thiên có thể chấp nhận
lớn hơn	bằng và nhỏ hơn	
0	10	1 g/kg tuyệt đối
10	-	6,5 %

## 10 Báo cáo kết quả

Báo cáo kết quả phải gồm thông tin sau :

- theo tiêu chuẩn này;
- phương pháp đã sử dụng;
- mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu thử;
- kết quả xác định cacbon hữu cơ trên cơ sở đất khô kiệt, tính bằng gam trên kilogram, chính xác đến một chữ số sau dấu phẩy;
- nêu hệ số chuyển đổi đã sử dụng, nếu kết quả được biểu thị theo chất hữu cơ;
- bất kỳ chi tiết nào khác không qui định trong tiêu chuẩn này hoặc tùy ý lựa chọn, hoặc các yếu tố khác có thể ảnh hưởng đến kết quả.