

TCVN

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

TCVN 6656 : 2000

ISO 11048 : 1995

**CHẤT LƯỢNG ĐẤT – XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG
SUNFAT TAN TRONG NƯỚC VÀ TAN TRONG AXIT**

*Soil quality – Determination of water-soluble
and acid-soluble sulfate*

HÀ NỘI - 2000

Lời nói đầu

TCVN 6656 : 2000 hoàn toàn tương đương với ISO 11048 : 1995.

TCVN 6656 : 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 sunfat tan trong nước và tan trong axit

Soil quality – Determination of water-soluble and acid-soluble sulfate

Chương 1 : Khái quát

1.1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định các qui trình chuẩn bị để chiết bằng nước và axit đối với đất được làm khô trong không khí và các vật liệu giống đất. Xác định sunfat đã chiết được bằng phương pháp khối lượng, trong phương pháp này bari clorua được cho vào dịch chiết bằng nước và dịch chiết bằng axit, kết tủa bari sunfat được sấy khô và cân. Hàm lượng sunfat tính được từ khối lượng vật liệu đã dùng để phân tích và khối lượng bari kết tủa.

Tiêu chuẩn này áp dụng cho tất cả các loại đất được làm khô trong không khí, thí dụ như đất đã được chuẩn bị theo TCVN 6647: 2000 (ISO 11464).

Tiêu chuẩn này bao gồm 7 chương.

Chương 1: Khái quát

Chương 2: Xử lý sơ bộ mẫu thử và xác định hàm lượng chất khô

Chương 3: Chiết đất bằng nước theo tỷ lệ khối lượng : thể tích là 1 đất : 5 nước

Chương 4: Chiết đất bằng nước theo tỷ lệ khối lượng : thể tích là 1 đất : 2 nước

Chương 5: Chiết đất bằng axit clohydric loãng

Chương 6: Xác định sunfat trong dung dịch bằng phương pháp khối lượng sử dụng bari clorua

Chương 7: Độ chính xác của phương pháp thử và báo cáo kết quả

1.2 Tiêu chuẩn trích dẫn

TCVN 4851 : 1989 (ISO 3696) Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử.

TCVN 6656 : 2000

TCVN 6200 : 1996 (ISO 9280: 1990) Chất lượng nước – Xác định sunfat. Phương pháp khối lượng sử dụng bari clorua.

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

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

1.3 Nguyên tắc

Các mẫu đất được làm khô trong không khí được chiết bằng:

- axit clohydric loãng; hoặc
- nước theo tỷ lệ khối lượng : thể tích là 1 đất : 2 nước, hoặc 1 : 5.

Hàm lượng sunfat đã chiết được xác định bằng phương pháp khối lượng, trong phương pháp này bari clorua được cho vào dịch chiết bằng nước và dịch chiết bằng axit, kết tủa bari sunfat được sấy khô và cân. Hàm lượng sunfat tính được từ khối lượng đất đã dùng để phân tích và khối lượng bari sunfat kết tủa.

Chương 6 giống với TCVN 6200: 1996 (ISO 9280).

Hiện sẵn có những phương pháp xác định sunfat có thể chấp nhận được nhưng các phương pháp này không đề cập trong tiêu chuẩn này. Các phương pháp thích hợp có thể là: chuẩn độ trực tiếp bari, phương pháp đo phổ phát xạ cặp cảm ứng plasma, phân tích dòng chảy bằng phương pháp đo độ đục, đo quang phổ gián tiếp của dòng liên tục sử dụng 2-amionperimidin, đo màu bằng kỹ thuật dòng liên tục có khi phân đoạn dùng chỉ thị metylthymol xanh và sắc ký ion. Nên tiến hành đối chiếu với các tiêu chuẩn quốc tế và quốc gia thích hợp về khả năng áp dụng và giới hạn của các phương pháp đó.

1.4 Khả năng áp dụng và các hạn chế

Các qui trình trong chương 3 và chương 4 đề cập đến việc chiết sunfat từ các loại đất và có thể liên quan đến việc đánh giá “khả năng cung cấp” sunfat đối với cây trồng (có những loại chất chiết đã dùng cho các mục đích này và không thể áp dụng chung cho tất cả các loại đất và các loại khí hậu). Nên chú ý rằng ở đây chưa kiểm chứng được mối quan hệ giữa sunfat có thể chiết được bằng nước và nhu cầu phân bón lưu huỳnh. Quy trình qui định trong chương 4 cũng liên quan đến tác động của sunfat đối với vật liệu xây dựng, đặc biệt là bê tông.

Việc sử dụng các qui trình mô tả trong chương 4, 5 và chương 6 phân biệt sự hiện diện các sunfat độ tan cao trong nước và các sunfat độ tan hạn chế như thạch cao ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)

Chương 6 có thể áp dụng cho các nồng độ ion sunfat (SO_4^{2-}) trong dung dịch 10 mg/l và cao hơn, tức là liên quan đến các phương pháp trong chương 3 và chương 4 đối với các nồng độ tối thiểu có thể tan trong nước của đất được làm khô trong không khí 50mg/kg và 20mg/kg [0,005% và 0,002% (m/m)] tương ứng và liên

quan đến phương pháp trong chương 5 đến nồng độ tối thiểu có thể tan trong axit của đất được làm khô trong không khí khoảng 500 mg/kg [0,05% (m/m)].

Nếu nồng độ có trong dung dịch thấp hơn nồng độ trên thì cần đến giai đoạn cô đặc, hoặc phải sử dụng qui trình phân tích chính xác hơn qui trình trong chương 6 này [thí dụ, sắc ký ion, quang phổ phát xạ nguyên tử (AES) hoặc quang phổ phát xạ cặp plasma (ICP)].

Trong phần lớn các trường hợp, một phân tích hoàn chỉnh đất về nồng độ và trạng thái tự nhiên của sunfat cần xác định theo quy trình trong chương 5 và chương 3 hoặc chương 4 hoặc cả hai phần, phần nào thích hợp hơn cho mục đích nghiên cứu của đất.

Các phương pháp được mô tả cần thích hợp cho “nhiều loại đất” bao gồm đất nông nghiệp và các vật liệu của khu vực bị ô nhiễm. Tuy nhiên, không có một phương pháp nào có thể áp dụng chung cho tất cả các loại đất và người sử dụng phải thừa nhận thực tế này và đôi khi phải chuẩn bị đối phó với những khó khăn gặp phải. Các loại đất chứa sunfat cần có sự chú ý đặc biệt (xem chú thích 7 của 5.1).

“Đất” từ các khu bị ô nhiễm, thí dụ như khu vực trước đó đã dùng cho các nhà máy sản xuất khí và khu đốt than bùn, có thể chứa nhiều loại lưu huỳnh (thí dụ, lưu huỳnh nguyên tố, sunfat, sunfit, thiosunfat, thioxyanat) mà có thể chuyển từ dạng này sang dạng khác dưới các điều kiện hoá học thay đổi và / hoặc do tác động của vi khuẩn. Sự có mặt của các ion khác có thể ảnh hưởng đến độ hoà tan. Do đó, trong các trường hợp này phải đặc biệt chú ý khi lấy mẫu và khi giải thích kết quả.

Các hạn chế của phương pháp ở chương 6, đã khẳng định các nồng độ có thể chấp nhận được của các ion khác có liên quan.

Các phép thử được trình bày một cách cụ thể và nghiêm ngặt vẫn không thể coi là phép đo đúng hàm lượng sunfat thực trong đất, cho dù độ tái lập có thể đạt tốt.

Do độ hoà tan của một số sunfat bị hạn chế (thí dụ như canxi sunfat) và khả năng bị ảnh hưởng bởi các ion khác, nên việc chiết đơn theo quy trình mô tả trong chương 3 có thể không cho được số đo đúng về hàm lượng sunfat “tổng số có thể chiết được bằng nước”. Vấn đề này có thể giải quyết bằng cách chiết lại một hoặc nhiều lần trên cùng mẫu thử, hoặc tăng tỷ lệ nước: đất. Cách khác có thể sử dụng dung dịch chiết “đệm” để làm tăng độ hòa tan của các sunfat có mặt, nhưng các qui trình như thế không nằm trong phạm vi tiêu chuẩn này.

Nếu chỉ có mặt cation canxi, thì ion sunfat trong dung dịch sẽ không vượt quá 1441mg SO_4^{2-} /l ở 20°C. Điều này có nghĩa là lượng sunfat tối đa có thể chiết được từ loại đất như thế bằng quy trình trong chương 3 là khoảng 7205mg SO_4^{2-} /kg (10g đất : 50ml nước) và bằng qui trình trong chương 4 thì khoảng 2882mg SO_4^{2-} /kg (50g đất : 100ml nước).

Chương 2 : Xử lý sơ bộ mẫu và xác định hàm lượng chất khô

2.1 Phạm vi áp dụng

Trong chương này mô tả các qui trình chuẩn bị các mẫu thử đất được làm khô trong không khí để sử dụng trong qui trình chiết mô tả trong các chương từ chương 3 đến chương 5 của tiêu chuẩn này.

2.2 Xác định hàm lượng chất khô

Xác định hàm lượng của đất ẩm ngoài đồng và đất được làm khô trong không khí theo TCVN 6648 : 2000 (ISO 11465, nhưng nhiệt độ không vượt quá trong khoảng từ 75°C đến 80°C (nếu trong đất có thạch cao, sẽ có nguy cơ bị mất nước trong khi tạo tinh thể ở nhiệt độ cao).

2.3 Chuẩn bị mẫu đất để chiết bằng nước theo tỷ lệ khối lượng : thể tích 1 đất : 5 nước, hoặc chiết bằng axit loãng.

2.3.1 Dụng cụ

Ngoài những dụng cụ qui định trong TCVN 6648 : 2000 (ISO 11465), cần thêm các dụng cụ để chuẩn bị mẫu thử đơn.

2.3.1.1 Bình hút ẩm, chứa silica gel khô.

2.3.1.2 Bình chứa thủy tinh, có khả năng chứa 10 g đất và có nắp thủy tinh mài.

2.3.2 Chuẩn bị mẫu thử

Chuẩn bị mỗi phần mẫu thử từ mẫu thí nghiệm để phân tích như sau:

Làm khô và chuẩn bị mẫu thí nghiệm qua rây có lỗ rây 2 mm, sử dụng cho tất cả các quy trình qui định trong TCVN 6647 : 2000 (ISO 11464).

Chia phần mẫu đã qua rây 2 mm bằng các phương pháp chấp nhận được (xem TCVN 6647 : 2000 (ISO 11464)) để có được mẫu khoảng 100 g.

Nghiền nhỏ phần mẫu này sao cho qua được rây 250 μm .

Chia tiếp mẫu để thu được mẫu thử khoảng 10 g (nếu cần có thể lấy thêm mẫu thử ở giai đoạn này).

Cho mẫu thử vào bình chứa thủy tinh thích hợp (2.3.1.2) và sấy khô mẫu ở nhiệt độ không quá 40°C. Mẫu thử được coi là khô khi chênh lệch khối lượng giữa 2 lần liên tiếp sau 4h không vượt quá 0,1 % (m/m) mẫu thử.

Để nguội các mẫu thử trong bình hút ẩm (2.3.1.1).

Chú thích

- 1) Phải thừa nhận rằng, chất liệu còn lại ở trên rây thí nghiệm kích thước lỗ 2 mm không chứa sunfat. Điều này thường đúng, nhưng cũng có loại đất chứa những miếng thạch cao đường kính lớn hơn 2 mm và trong những trường hợp đó phải dùng tay nhặt và nghiền nhỏ chúng để cho qua rây thí nghiệm 2 mm vào phần mẫu đã qua rây.
- 2) Có thể dùng dụng cụ chia mẫu thích hợp khác bằng cơ học để thay cho hộp đãi, với điều kiện kích thước của chúng phải phù hợp và thu được loại mẫu yêu cầu, hoặc dùng tay chia tư theo đường chéo.

2.4 Chuẩn bị mẫu đất để chiết bằng nước theo tỷ lệ khối lượng : thể tích 1 đất : 2 nước

2.4.1 Dụng cụ

Ngoài những dụng cụ qui định trong TCVN 6648 : 2000 (ISO 11465), cần thêm các dụng cụ để chuẩn bị mẫu thử đơn.

2.4.1.1 Bình hút ẩm, chứa silica gel khô.

2.4.1.2 Lọ thủy tinh, có thể chứa 125g đất và có nắp thủy tinh mài.

2.4.1.3 Lọ thủy tinh, có thể chứa 50g đất và có nắp thủy tinh mài.

2.4.2 Chuẩn bị mẫu thử đất được làm khô trong không khí

Chuẩn bị mỗi phần mẫu thử từ mẫu thí nghiệm để phân tích như sau:

Làm khô và chuẩn bị mẫu thí nghiệm qua rây có lỗ rây 2 mm, theo qui trình qui định trong TCVN 6647 : 2000 (ISO 11464).

Chia phần mẫu đã qua rây 2 mm bằng các cách chấp nhận được (xem TCVN 6647 : 2000 (ISO 11464)) để có được mẫu khoảng 125 g.

Nghiền nhỏ phần mẫu này sao cho qua được rây 250 μm .

Chia tiếp mẫu để thu được mẫu thử khoảng 50g (nếu cần có thể lấy thêm mẫu thử ở giai đoạn này).

Cho mẫu thử vào bình thủy tinh thích hợp (2.4.1.3) và sấy khô mẫu ở nhiệt độ không quá 40°C. Mẫu thử được coi là khô khi chênh lệch khối lượng giữa 2 lần cân liên tiếp sau 4h không vượt quá 0,1 % (m/m) của mẫu thử.

Để nguội các mẫu thử trong bình hút ẩm (2.4.1.1).

Chú thích

- 3) Phải thừa nhận rằng, chất liệu còn lại ở trên rây thí nghiệm kích thước lỗ 2 mm không chứa sunfat. Điều này thường đúng, nhưng cũng có loại đất chứa những miếng thạch cao đường kính lớn hơn 2 mm và trong những trường hợp đó phải dùng tay nhặt và nghiền nhỏ chúng để cho qua rây thí nghiệm 2 mm vào phần mẫu đã qua rây.
- 4) Có thể dùng dụng cụ chia mẫu thích hợp khác bằng cơ học để thay cho hộp đãi, với điều kiện kích thước của chúng phải phù hợp và thu được loại mẫu yêu cầu, hoặc dùng tay chia tư theo đường chéo.

Chương 3 : Chiết đất bằng nước theo tỷ lệ khối lượng : thể tích là 1 đất : 5 nước

3.1 Nguyên tắc

Mô tả qui trình xác định hàm lượng sunfat tan trong nước của đất, chiết theo tỷ lệ 1 phần khối lượng đất : 5 phần thể tích nước.

Để xác định ion sunfat trong dung dịch thu được, sử dụng phương pháp khối lượng được giới thiệu trong chương 6 của tiêu chuẩn này.

Chú thích 5 – Nếu chỉ có mặt cation canxi, thì hàm lượng sunfat của dịch chiết sẽ không vượt quá 1441 mg $\text{SO}_4^{2-}/\text{l}$ ở 20°C. Hàm lượng sunfat trong dịch chiết đất hoặc trong nước bề mặt xác định được trong phép thử này mà vượt quá con số trên thì có nghĩa là có nhiều muối sunfat hoà tan khác.

3.2 Chuẩn bị chiết bằng nước 1:5

3.2.1 Thuốc thử

Cần sử dụng các loại thuốc thử sau để chiết bằng nước

3.2.1.1 Nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương, phù hợp với chất lượng hạng 3 của TCVN 4851 : 1989 (ISO 3696)

3.2.2 Dụng cụ

Cần những dụng cụ sau để chuẩn bị chiết sunfat tan trong nước từ mẫu thử đơn.

3.2.2.1 Chai chiết, dung tích khoảng 100 ml.

3.2.2.2 Phễu Buchner, đường kính khoảng 100 mm.

3.2.2.3 Bình lọc có hút chân không, dung tích khoảng 500 ml, khớp với phễu.

3.2.2.4 Giấy lọc, loại trung bình, độ xốp = 8 μm .

3.2.2.5 Nguồn hút chân không, ví dụ bơm lọc.

3.2.2.6 Ống cao su, để lắp bơm chân không với bình lọc.

3.2.2.7 Máy lắc hoặc máy khuấy, có khả năng giữ 10 g đất trong 50 ml nước luôn ở dạng huyền phù.

3.2.2.8 Cân, chính xác tới 0,001 g.

3.2.3 Chuẩn bị mẫu thử đất được làm khô trong không khí

Chuẩn bị mẫu thử đất được làm khô trong không khí theo các qui trình qui định trong 2.3 của tiêu chuẩn này.

3.2.4 Chuẩn bị chiết

Tiến hành chiết ở nhiệt độ từ 20°C đến 25°C.

Chiết 1 đất : 5 nước để xác định hàm lượng sunfat tan trong nước thu được từ một mẫu đất được làm khô trong không khí như sau:

Cho phần mẫu thử khối lượng $10 \text{ g} \pm 0,1 \text{ g}$ vào chai chiết (3.2.2.1).

Thêm $50 \text{ ml} \pm 0,5 \text{ ml}$ nước cất (3.2.1.1) vào chai chiết, đậy chặt nắp chai, đặt chai lên máy lắc (3.2.2.7) và lắc trong 16h.

Lọc huyền phù đất vào bình lọc khô và sạch (3.2.2.3) qua giấy lọc phù hợp (3.2.2.4), đặt trong phễu Buchner (3.2.2.2).

Giữ lại dịch lọc thu được để xác định hàm lượng sunfat.

Ghi thể tích của lọc (V_E).

3.3 Xác định hàm lượng chất khô

Tiến hành xác định hàm lượng chất khô của đất được làm khô trong không khí như qui định trong điều 2.2 của tiêu chuẩn này.

Chương 4 : Chiết đất bằng nước theo tỷ lệ khối lượng : thể tích 1 đất : 2 nước

4.1 Nguyên tắc

Mô tả quy trình xác định hàm lượng sunfat tan trong nước của đất, theo tỷ lệ chiết 1 phần khối lượng đất : 2 phần thể tích nước (xem chú thích 5 đến 3.1).

Để xác định ion sunfat trong dung dịch, sử dụng phương pháp khối lượng trong chương 6 của tiêu chuẩn này.

4.2 Chuẩn bị chiết bằng nước 1:2

4.2.1 Thuốc thử

Cần sử dụng các loại thuốc thử sau để chiết bằng nước.

4.2.1.1 Nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương phù hợp với chất lượng hạng 3 của TCVN 4851 : 1989 (ISO 3696).

4.2.2 Dụng cụ

Sử dụng các dụng cụ sau để chiết sunfat tan trong nước từ mẫu thử đơn.

4.2.2.1 Cốc thí nghiệm, dung tích 500 ml, tốt nhất có dạng hình nón, mỗi cốc được trang bị một thìa khuấy và có nắp đậy bằng thủy.

4.2.2.2 Phễu Buchner, đường kính khoảng 100 mm.

4.2.2.3 Bình lọc có hút chân không, dung tích khoảng 500 ml, khớp với phễu.

4.2.2.4 Giấy lọc, loại trung bình, độ xốp = 8 μm .

4.2.2.5 Nguồn hút chân không, ví dụ bơm lọc.

4.2.2.6 Ống cao su, để lắp bơm chân không với bình lọc.

4.2.2.7 Máy lắc hoặc máy khuấy, có khả năng giữ 50g đất trong 100 ml nước ở dạng huyền phù.

4.2.2.8 Chai chiết, dung tích khoảng 250 ml.

4.2.2.9 Pipet, dung tích 100 ml.

4.2.2.10 Cân, chính xác tới 0,001 g.

4.2.2.11 Mặt kính đồng hồ, có thể đựng được 50 g đất.

4.2.3 Chuẩn bị mẫu thử đất được làm khô trong không khí

Chuẩn bị mẫu thử đất được làm khô trong không khí có khối lượng 50 g tiến hành theo các qui trình qui định trong 2.4 của tiêu chuẩn này.

4.2.4 Chuẩn bị chiết

Tiến hành chiết ở nhiệt độ từ 20°C đến 20°C.

Chiết 1 đất : 2 nước để xác định hàm lượng sunfat tan trong nước có trong từng mẫu đã chuẩn bị như sau:

Cân 50 g \pm 0,5 g mẫu thử đất được làm khô trong không khí trên mặt kính đồng hồ (4.2.2.11) và cho vào chai chiết (4.2.2.8).

Thêm 100 g \pm 1 g nước cất (4.2.1.1) vào chai chiết (xem chú thích 6), đậy chặt nắp chai, đặt chai lên máy lắc (4.2.2.7) và lắc trong 16h.

Lọc huyền phù đất vào cốc thí nghiệm khô và sạch (4.2.2.1) qua giấy lọc phù hợp (4.2.2.4) đặt trong phễu Buchner (4.2.2.2).

Giữ lại dịch lọc thu được để xác định hàm lượng sunfat.

Ghi thể tích của dịch lọc (V^E).

Chú thích 6 - Để thuận tiện hơn, nếu có máy ly tâm, thì nên dùng ống ly tâm để chiết. Khi có huyền phù có thể tách ly tâm thay vì lọc và lấy 25 ml chất lỏng không màu nổi phía trên để phân tích sau khi được pha loãng hợp lý nếu cần.

4.3 Xác định hàm lượng chất khô

Tiến hành xác định hàm lượng chất khô của đất được làm khô trong không khí như quy định trong 2.2 của tiêu chuẩn này.

Chương 5: Chiết đất bằng axit clohydric loãng

5.1 Nguyên tắc

Mô tả qui trình xác định hàm lượng sunfat của đất tan trong axit, đã được đề cập trong phần đầu.

Những sunfat tan trong axit gồm phần lớn các sunfat có nguồn gốc tự nhiên, chiết được từ mẫu đất bằng axit clohydric loãng.

Để xác định ion sunfat trong dung dịch, sử dụng phương pháp khối lượng trong chương 6 của tiêu chuẩn này.

Phải đặc biệt chú ý đến mẫu chứa sunfua (xem chú thích 7).

Chú thích 7 – Phương pháp chiết bằng axit để xác định hàm lượng sunfat toàn phần của đất tại thời điểm thử và bất kỳ sunfua nào có trong đất đều bị phá huỷ trong quá trình chiết (xem chú thích 10). Nếu như có sunfua, có thể sau đó chúng bị ôxy hoá tạo ra sunfat. Nếu dự đoán có các sunfua và có khả năng sẽ bị ôxy hoá, thì cần xác định lượng lưu huỳnh toàn phần. Sự chênh lệch giữa lượng lưu huỳnh toàn phần và lượng sunfat tan trong axit, cả hai được biểu thị bằng phần trăm SO_4 cho biết lượng sunfua có thể có trong đá phiến mềm và trong đất bùn và chúng thường được phát hiện trong chất thải bần và trong những sản phẩm như đá mỏ (than bùn) và xỉ quặng.

5.2 Chuẩn bị chiết bằng axit

5.2.1 Thuốc thử

Cần sử dụng các loại thuốc thử sau để chiết bằng axit. Thuốc thử phải là loại phân tích.

5.2.1.1 Nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương, phù hợp với chất lượng hạng 3 của TCVN 4851: 1989 (ISO 3696)

5.2.1.2 Axit clohydric loãng

Cẩn thận pha loãng 500 ml \pm 10 ml axit clohydric đậm đặc (tỷ trọng 1,18) với nước đến 1 lít trong ống đong.

Bảo quản trong chai thuỷ tinh hoặc chai polyetylen. Dung dịch này bảo quản được lâu.

5.2.1.3 Dung dịch amoniac pha loãng

Pha loãng 500 ml amoniac (tỷ trọng 0,880) với nước đến 1 lít.

5.2.1.4 Dung dịch bạc nitrat, $c(AgNO_3) \approx 0,1$ mol/l.

Hòa tan 17 g \pm 1 g bạc nitrat vào khoảng 800 ml nước và pha loãng đến 1 lít trong ống đong. Bảo quản dung dịch trong chai thuỷ tinh màu nâu.

5.2.1.5 Axit nitric đậm đặc, tỷ trọng 1,42.

5.2.1.6 Giấy quỳ đỏ

5.2.2 Dụng cụ

Cần những dụng cụ sau để chuẩn bị chiết sunfat tan trong axit từ mẫu thử đơn.

5.2.2.1 Hai cốc thí nghiệm, có dung tích 500 ml, tốt nhất có dạng hình nón trong mỗi cốc được trang bị một chiếc đũa và có nắp đậy bằng thủy tinh.

5.2.2.2 Bếp điện, có khả năng duy trì nhiệt độ sôi của các chất đựng trong cốc thí nghiệm nhưng không bị quá sôi.

5.2.2.3 Giấy lọc, loại trung bình (độ xốp : 8 μm), loại thô (độ xốp - 8 μm) và loại lọc mịn (độ xốp : 2,5 μm).

5.2.2.4 Đũa thủy tinh, dài từ 150 mm đến 200 mm và đường kính 3 mm đến 5 mm.

5.2.2.5 Chai rửa, tốt nhất làm bằng chất dẻo, chứa nước cất hoặc nước tinh khiết tương đương.

5.2.2.6 Phễu lọc thủy tinh, đường kính khoảng 100 mm.

5.2.2.7 Pipet nhỏ giọt, dung tích 10 ml.

5.2.2.8 Tủ hút.

5.2.2.9 Ống đong hình trụ, dung tích 100 ml.

5.2.2.10 Cân, chính xác tới 0,001 g.

5.2.3 Chuẩn bị mẫu thử đất được làm khô trong không khí

Chuẩn bị mẫu thử đất được làm khô trong không khí tiến hành theo các qui trình qui định trong 2.3 của tiêu chuẩn này.

5.2.4 Chuẩn bị chiết

Việc chiết bằng axit để xác định hàm lượng sunfat tan trong axit thu được từ phần mẫu đất được làm khô trong không khí tiến hành như sau:

- a) Cân khoảng 2 g mẫu phân tích (xem chú thích 9) cho vào cốc thí nghiệm 500 ml (5.2.2.1) cân lại cốc trừ bì để có khối lượng (m_s) của mẫu phân tích.
- b) Thêm 100 ml \pm 1 ml axit clohydric loãng (5.2.1.2) vào phần mẫu thử, nếu có bọt nổi lên thì phải chú ý tránh hao hụt chất liệu thử (xem chú thích 10).
- c) Đậy cốc bằng nắp thủy tinh, để vào tủ hút (5.2.2.8), đun cho hỗn hợp sôi và giữ cho sôi nhẹ trong 15 phút.

TCVN 6656 : 2000

- d) Tráng mặt dưới nắp thuỷ tinh bằng nước cất (5.2.1.1) hứng nước tráng vào cốc và cho thêm vài giọt axit nitric đậm đặc trong khi huyền phù vẫn đang sôi.
- e) Vừa khuấy vừa thêm từ từ dung dịch amoniac (5.2.1.3) tốt nhất là dùng pipet nhỏ giọt (5.2.2.7), vào hỗn hợp huyền phù vẫn đang sôi cho đến khi có sesquioxit kết tủa và khi hỗn hợp làm cho giấy quỳ đỏ (5.2.1.6) chuyển sang màu xanh lam (xem chú thích 11).
- f) Lọc huyền phù qua giấy lọc thô (5.2.2.3) thu vào cốc hình nón 500 ml (5.2.2.1). Rửa giấy lọc bằng nước cất cho đến khi sạch hết clorua, biết được bằng cách cho thêm 1 giọt vào 1 thể tích nhỏ dung dịch bạc nitrat thì không có màu đục mờ. Ghi lại tổng thể tích (V_E) của dịch lọc (thể tích cuối cùng của dịch lọc không được vượt quá 200 ml).

Chú thích

- 8) Những mẫu lấy từ những nơi ô nhiễm (thí dụ nhà máy trước đây có sản xuất khí) có thể bị nhiễm xyanua. Những mẫu đó có khả năng giải phóng hydro xyanua (HCN) khi thêm axit. Trước tiên cần xem xét xem các mẫu đó có xyanua hay không hoặc việc cho thêm axit phải được thực hiện trong tủ hút.
- 9) Khối lượng mẫu sử dụng phụ thuộc vào số lượng sunfat có trong mẫu. Tốt nhất chọn khối lượng mẫu sao cho tạo ra được khoảng 0,2 g bari sunfat kết tủa.
- 10) Các mẫu chứa sunfua khi axit hoá sẽ giải phóng ra hydro sunfua (H_2S) và phát hiện được bằng mùi của nó. Trong trường hợp đó, sẽ có nguy cơ đánh giá sai (cao hơn) hàm lượng sunfat do việc oxy hoá sunfua. Nếu mẫu có chứa sunfua, thì lấy khối lượng axit lớn gấp 10 lần mẫu axit cho vào cốc thí nghiệm 500 ml và đun sôi. Bỏ cốc ra khỏi bếp điện vừa khuấy dung dịch axit vừa cho mẫu vào từ từ.
- 11) Khi thêm amoniac để trung hoà axit (bước e) nếu có nhiều sesquioxit kết tủa được tạo ra, thì một số sunfat có thể bị giữ lại, chúng không thể loại bỏ khi rửa và sẽ dẫn đến kết quả thấp. Trong trường hợp này cần làm kết tủa lần 2. Việc này thực hiện bằng cách cẩn thận dỡ bỏ giấy lọc chứa kết tủa và cho vào cốc ban đầu. Thêm axit clohydric loãng (20 ml axit clohydric loãng là đủ) và khuấy cho đến khi tan hết sesquioxit. Đun sôi hỗn hợp và tiến hành lại từ bước e).

5.3 Xác định hàm lượng chất khô

Tiến hành xác định hàm lượng chất khô của đất được làm khô trong không khí như qui định trong 2.2 của tiêu chuẩn này.

Chương 6 : Xác định sunfat trong dung dịch bằng phương pháp khối lượng dùng bari clorua

6.1 Phạm vi áp dụng

Phương pháp khối lượng áp dụng để xác định sunfat trong các dịch chiết đất bằng nước và dịch chiết bằng axit loãng, thu được trong các qui trình mô tả trong chương từ 3 đến 5 của tiêu chuẩn này. Phương pháp này kế tiếp sau phương pháp được mô tả trong TCVN 6200 : 1996 (ISO 9280). Thông tin về các chất có khả năng gây nhiễu xem trong 6.8.

Hàm lượng sunfat (biểu thị bằng SO_4^{2-}) trong khoảng từ 25 mg/l đến 5000 mg/l có thể xác định được theo qui định trong (6.6.1). Cũng có thể xác định được nồng độ sunfat cao hơn bằng cách lấy phần mẫu thử nhỏ hơn từ mẫu thí nghiệm (nghĩa là để chiết bằng axit hoặc nước).

Giới hạn xác định dưới (với chín bậc tự do) của phương pháp được mô tả trong TCVN 6200: 1996 (ISO 9280) là $SO_4^{2-} = 10$ mg/l.

6.2 Nguyên tắc

Axit hoá mẫu thí nghiệm bằng axit clohydric, tiếp theo đun sôi với dung dịch bari clorua trong ít nhất 20 phút để cho bari sunfat kết tủa nhanh hơn. Lọc vào phễu thuỷ tinh xốp, rửa chất kết tủa cho sạch hết clorua, sấy khô ở $105^{\circ}C$, để nguội và cân lại. Khối lượng của chén nung tăng do bari sunfat kết tủa được tạo thành bởi phản ứng của bari với các ion sunfat có trong mẫu.

6.3 Thuốc thử

Chỉ được dùng các thuốc thử đạt chất lượng tinh khiết phân tích, và nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương, phù hợp với chất lượng hạng 3 của TCVN 4851 : 1989 (ISO 3696).

6.3.1 Axit clohydric loãng, $c(HCL) = 6$ mol/l.

Cẩn thận pha loãng 500 ml \pm 10 ml axit clohydric đậm đặc (tỷ trọng 1,18) với nước đến 1 lít trong ống đong.

Bảo quản dung dịch trong chai polyetylen. Dung dịch này có thể bảo quản lâu.

6.3.2 Bari clorua dihydrat, dung dịch 100 g/l

Cảnh báo - Bari clorua độc và sẽ rất nguy hiểm nếu nuốt phải.

TCVN 6656 : 2000

Hoà tan $100 \text{ g} \pm 1 \text{ g}$ bari clorua dihydrat ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) vào khoảng 800 ml nước, đun nóng hỗn hợp để dễ hoà tan. Để nguội và pha loãng đủ 1 lit trong ống đong.

Bảo quản dung dịch trong chai polyetylen. Dung dịch này có thể bảo quản lâu.

6.3.3 Dung dịch natri hydroxit, $c(\text{NaOH}) : 5 \text{ mol/l}$

Cảnh báo – Dung dịch natri hydroxit sẽ nguy hiểm nếu tiếp xúc với da và mắt.

Hoà tan 20 g natri hydroxit vào 100 ml nước đồng thời khuấy liên tục.

Bảo quản dung dịch này trong chai polyetylen.

6.3.4 Chất chỉ thị metyl da cam, dung dịch khoảng 1 g/l.

Hoà tan 100 g metyl da cam vào trong khoảng 50 ml nước, đun nóng hỗn hợp để dễ hoà tan. Để nguội và pha đủ 100 ml trong ống đong.

Bảo quản dung dịch này trong chai polyetylen. Dung dịch này có thể bảo quản lâu.

6.3.5 Dung dịch bạc nitrat, $c(\text{AgNO}_3) \approx 0,1 \text{ mol/l}$.

Hoà tan $17 \text{ g} \pm 1 \text{ g}$ bạc nitrat (AgNO_3) vào khoảng 800 ml nước và pha loãng đến 1 lít trong ống đong.

Bảo quản dung dịch này trong chai màu nâu. Dung dịch này có thể bảo quản lâu, tránh ánh sáng.

6.3.6 Etanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$), hoặc cồn tinh khiết (95% etanol, 5% nước).

6.3.7 Natri clorua, dung dịch 100 g/l

Hoà tan $10 \text{ g} \pm 1 \text{ g}$ Natri clorua (NaCl) vào khoảng 100 ml nước. Bảo quản dung dịch này trong chai thuỷ tinh hoặc polyetylen.

6.3.8 Natri cacbonat (Na_2CO_3), khan

Chú thích 12 – Khi cần có dung dịch chuẩn chính xác, thuận lợi nhất là lấy thuốc thử này mới được chuẩn hoá ở dạng đậm đặc và pha loãng ra theo hướng dẫn của nhà sản xuất.

6.4 Dụng cụ

Dùng những dụng cụ thí nghiệm thông thường và

6.4.1 Phễu thuỷ tinh xốp, có dung tích khoảng 30 ml, độ xốp 4.

6.4.2 Bình Buchner, có trang bị bộ phận an toàn để nối với bộ lọc chân không

6.4.3 Cân phân tích, chính xác tới 0,0002 g.

6.4.4 Bát cô mẫu bằng platin, dung tích 250 ml.

6.5 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu

6.5.1 Xử lý mẫu

Thu dịch chiết thí nghiệm vào chai thuỷ tinh hoặc chai polyetylen và phân tích ngay sau khi lọc hoặc bảo quản ở 2°C đến 5°C không quá một tuần.

Cho mẫu vào đáy chai để đuổi hết không khí và như vậy loại trừ nguy cơ oxy hoá các mẫu có chứa sunfua và sunfit.

Chú thích 13 – Các mẫu chứa hàm lượng chất hữu cơ thấp có thể bảo quản lâu hơn, nhưng phải kiểm tra để biết chắc là mẫu vẫn ổn định.

6.6 Cách tiến hành

6.6.1 Phần mẫu thử

Thể tích của phần mẫu phải nằm trong khoảng 10 ml và 200 ml và chứa không quá 50 mg ion sunfat. Dùng pipet lấy phần mẫu thử từ mẫu thí nghiệm (dịch chiết bằng nước hoặc bằng axit). Ghi chính xác thể tích (V_A) của phần mẫu thử.

Chú thích 14 – Thể tích (V_E) của dịch chiết bằng nước hoặc bằng axit (mẫu thí nghiệm) cần biết để tính kết quả nồng độ ion sunfat, miligam trên kilogam đất được làm khô trong không khí, và phải được ghi lại như một phần của các quy trình nêu trong chương 3 đến chương 5.

6.6.2 Xử lý sơ bộ

Đong phần mẫu thử (6.6.1) cho vào cốc thí nghiệm 500 ml và thêm 2 giọt chỉ thị da cam (6.3.4). Trung hoà phần mẫu thử bằng axit clohydric loãng (6.3.1) hoặc bằng dung dịch natri hydroxit (6.3.3) tùy theo pH ban đầu. Thêm 2 ml \pm 0,2 ml axit clohydric loãng và sau đó nếu cần, thêm nước để tổng thể tích trong cốc đạt 200 ml \pm 20 ml. Đun sôi hỗn hợp trong cốc ít nhất 5 phút.

Nếu sau khi đun dung dịch trong suốt, tiến hành tiếp (6.6.3). Nếu vẫn còn chất không tan, lọc hỗn hợp nóng qua giấy lọc mịn không tro và rửa giấy lọc bằng một ít nước, nước rửa thu vào phần dịch lọc. Chuyển lượng dung dịch sang cốc có mỏ 500 ml và tiến hành tiếp theo theo (6.3.3).

Chú thích

15) Nếu thấy có khả năng trong phần chất không tan thu được sau lọc có chứa sunfat không hoà tan không hoà tan và muốn đưa phần không tan này vào kết quả cuối cùng, thì giữ lại giấy lọc và tiến hành theo qui trình nêu trong (6.9.2).

TCVN 6656 : 2000

- 16) Nếu có silic trong phần mẫu thử với hàm lượng có khả năng gây trở ngại (xem 6.8) thì tiến hành theo phương pháp xử lý sơ bộ nêu trong (6.9.1).
- 17) Nếu có những hợp chất hữu cơ trong phần mẫu thử với hàm lượng có khả năng gây nhiễu (xem 6.8) thì tiến hành theo phương pháp xử lý sơ bộ nêu trong (6.9.1).

6.6.3 Làm kết tủa

Đun sôi dung dịch thu được sau xử lý sơ bộ (6.6.2) và dùng pipet thêm từ từ 10 ml \pm 5 ml dung dịch bari clorua (6.3.2) nóng (khoảng 80°C). Đun dung dịch ít nhất 1h, sau đó để dung dịch nguội và giữ qua đêm ở 50 \pm 10°C.

Chú thích 18 – Thêm từ từ dung dịch bari clorua nóng để giảm khả năng cộng kết. Việc đun nóng sau đó giúp cộng kết đông lại và làm cho nó có tinh thể lớn hơn, làm giảm hơn nữa việc đồng kết tủa.

6.6.4 Lọc

6.6.4.1 Cách tiến hành

Làm khô phễu thủy tinh xốp (6.4.1) bằng cách sấy nóng ở 105°C trong 1 h và để nguội trong bình hút ẩm.

Cân phễu chính xác đến 0,0002 g. Ghi khối lượng của phễu (m_1) sau đó lắp phễu vào bình Buchner (6.4.2). Lọc phần lắng dùng máy hút nhẹ. Dùng đĩa thủy tinh đầu bịt cao su cạo phần lắng còn lại dưới đáy cốc và tráng cốc bằng nước lạnh rồi đổ vào phễu. Rửa phần lắng trong phễu bằng nước lạnh không chứa clorua.

6.6.4.2 Thử kiểm tra clorua trong nước rửa

Thu lấy khoảng 5 ml phần lọc trong 6.6.4.1 cho vào 1 cốc nhỏ chứa khoảng 5 ml dung dịch bạc nitrat (6.3.5). Để xác định chắc chắn là nước rửa sạch clorua trong kết tủa bari sunfat thì theo dõi hỗn hợp và kiểm tra thấy không còn đục nữa. Nếu vẫn còn đục thì tiếp tục rửa.

Cũng cần kiểm tra để clorua không bám vào mặt dưới miệng phễu.

6.6.5 Sấy khô và cân

Lấy phễu lọc ra và làm khô ở nhiệt độ 105°C \pm 2°C trong khoảng 1 h. Chuyển sang bình hút ẩm và cân chính xác khi chén đã nguội đến nhiệt độ phòng. Đặt vào lò sấy tiếp thêm 10 phút, lại làm nguội và cân. Với điều kiện khối lượng cân lần thứ 2 không chênh lệch quá 0,0002 g so với lần cân thứ nhất, ghi khối lượng thứ hai (m_2). Nếu không thì tiến hành làm khô, nguội và cân lại cho đến khi kết quả của hai lần cân tiếp không chênh lệch quá 0,0002 g.

Chú thích 19 – Thời gian làm khô có thể ngắn hơn nếu như rửa phần kết tủa ba lần, mỗi lần 5 ml etanol (6.3.6).

6.6.6 Thử trắng

Tiến hành theo qui trình nêu như trong 6.6.3 đến 6.6.5, nhưng thay phần mẫu thử bằng 200 ml ± 20 ml nước. Lấy khối lượng của phễu sau khi lọc trong 6.6.4 trừ đi khối lượng của phễu trước khi lọc 6.6.5 thu được khối lượng thử trắng m_0 tính bằng gam.

6.7 Biểu thị kết quả

6.7.1 Tính nồng độ trong các phần mẫu thử

Tính khối lượng m của bari clorua trong phần mẫu thử, bằng gam, theo công thức sau:

$$m = m_2 - m_1 - m_0$$

trong đó

m_0 là khối lượng của mẫu thử trắng, tính được trong 6.6.6, tính bằng gam;

m_1 là khối lượng của phễu, tính được trong 6.6.5, tính bằng gam;

m_2 là khối lượng của phễu, tính được trong 6.6.5, tính bằng gam;

Tính nồng độ sunfat $\rho_1(\text{SO}_4^{2-})$ trong dung dịch, bằng miligam trên lít, theo công thức:

$$\rho_1(\text{SO}_4^{2-}) = \frac{m \times 0,4116}{V_A} \times 10^6$$

trong đó

m là khối lượng của bari sunfat kết tủa, tính bằng gam;

V_A là thể tích của phần mẫu thử (xem 6.6.1), tính bằng mililit;

0,4116 là hệ số khối lượng (sunfat / bari sunfat).

Hệ số chuyển đổi cho những đơn vị nồng độ khác được nêu trong bảng 1.

Bảng 1 – Hệ số chuyển đổi

	$\rho_1(\text{SO}_4^{2-})$ mg/l	C (SO_4^{2-}) mmol/l	p(S) mg/l
$\rho(\text{SO}_4^{2-}) = 1 \text{ mg/l}$	1	0,01041	0,333 8
$c(\text{SO}_4^{2-}) = 1 \text{ mmol/l}$	96,06	1	32,06

6.7.2 Tính nồng độ sunfat trong đất

TCVN 6656 : 2000

Tính nồng độ sunfat $\rho_2(\text{SO}_4^{2-})$ của đất, bằng miligam trên kilogam đất được làm khô trong không khí, theo công thức sau:

$$\rho_2(\text{SO}_4^{2-}) = \frac{\rho_1(\text{SO}_4^{2-}) \times V_E}{m_s} = \frac{m \times 0,4116 \times 10^6 V_E}{m_s \times V_A}$$

trong đó

$\rho_1(\text{SO}_4^{2-})$ là nồng độ sunfat đo được trong dịch chiết, tính bằng miligam trên lít (tính được trong 6.7.1);

V_E là tổng thể của dịch chiết, tính bằng mililit;

m_s là khối lượng của mẫu được lấy, tính bằng gam;

Bảng 2 – Độ lệch chuẩn của độ lặp lại và độ tái lập

Mẫu	Thể tích phần mẫu thử ml	Nồng độ sunfat mg/l	s_r mg/l	VC_r %	S_R mg/l	VC_R %
1	200	50	3,3	–	–	–
2	20	210	3,3	1,6	6,9	3,3
3	20	583	8,4	1,4	12,4	3,3
4	20	1 160	9,3	0,8	11,6	1,0
5	20	1 500	21,3	–	–	–
6	20	5 000	29,4	–	–	–

s_r là độ chệch lệch chuẩn của độ lặp lại
 VC_r là hệ số biến thiên của độ lặp lại
 S_R là độ lệch chuẩn của độ tái lập
 VC_R là hệ số biến thiên của độ tái lập

Chi tiết về mẫu

1,5,6: Dung dịch chuẩn, số liệu của Anh, một phòng thí nghiệm, 9 bậc tự do.

2: Số liệu của Đức, 10 phòng thí nghiệm, 37 bậc tự do.

3: Số liệu của Đức, 10 phòng thí nghiệm, 35 bậc tự do.

4: Số liệu của Đức, 9 phòng thí nghiệm, 32 bậc tự do.

6.7.3 Độ lặp lại và độ tái lập của việc xác định sunfat trong dung dịch thử

Độ lệch chuẩn của độ lặp lại và độ tái lập xác định được đối với phương pháp qui định trong TCVN (ISO 9280) nêu trong bảng 2. Những số liệu thu được trong thử nghiệm của liên phòng thí nghiệm về các qui trình qui định trong tiêu chuẩn này nêu trong phụ lục A.

6.8 Các chất gây nhiễu

Sunfua và sunfit sẽ gây cản trở nếu như các mẫu bị phơi ra không khí tạo ra sự oxy hoá thành sunfat trước khi phân tích. Mặt khác, bất cứ sunfua và sunfit nào có mặt ở thời điểm bắt đầu phân tích phải loại bỏ bằng cách đuổi khí hydro sunfua và sunfua dioxit bằng cách đun sôi trong quá trình xử lý (6.6.2).

TCVN 6656 : 2000

Các hợp chất hữu cơ có mặt với khối lượng đáng kể (thí dụ mẫu có chỉ số permanganat > 30 mg O₂/l) có thể gây cản trở do hấp thụ hoặc cộng kết. Sử dụng qui trình mô tả trong 6.9.1 có thể loại được trở ngại này.

Các lượng ion vô cơ khác có trong phần mẫu thử (6.6.1) thấp hơn giá trị nêu trong bảng 3 thì không gây cản trở.

Bảng 3 – Dung sai của các ion khác

ion	Biểu thị theo	Hàm lượng tối đa mg/l
Cromat	CrO ₄ ²⁻	10
Photphat	PO ₄ ³⁻	10
Nitrat	NO ₃	100
Silicat	SiO ₂	2,5
Canxi	Ca ²⁺	100
Sắt (III)	Fe ³⁺	50

6.9 Các trường hợp đặc biệt

6.9.1 Loại bỏ các chất hữu cơ

Đong phần mẫu thử (6.6.1) vào bát cô mẫu platin và thêm 2 giọt chỉ thị metyl da cam (6.3.4).

Trung hoà phần mẫu thử bằng axit clohidric loãng (6.3.1) hoặc dung dịch natri hidroxit (6.3.3) tùy theo pH ban đầu và sau đó thêm 2,0 ml axit clohidric loãng. Cô đến gần khô trên nồi cách thuỷ và sau đó thêm 5 giọt dung dịch natri clorua (6.3.7) vào chất lỏng còn lại. Cô tiếp đến khô hoàn toàn và sau đó đốt bằng bát platin đến đỏ xám (khoảng 700°C) trên ngọn lửa bunsen hoặc trong lò nung cho đến khi thành tro.

Để nguội và làm ướt tro bằng khoảng 10 ml nước. Thêm 5 giọt axit clohidric loãng (6.3.1) và cô đến khô trên nồi cách thuỷ. Để cho nguội từ từ, thêm 10 ml ± 1 ml nước và chuyển lượng này vào cốc có mỏ dung tích 500 ml. Tiến hành tiếp theo mô tả trong 6.2.2, bắt đầu từ “thêm 2 giọt chất chỉ thị metyl da cam..”.

6.9.2 Xác định sunfat trong chất không hoà tan

Đặt giấy lọc trong 6.6.2 vào bát cô mẫu platin (6.4.4), đậy nắp và đốt trên ngọn lửa busen cháy nhỏ hoặc đặt vào trong lò nung ở nhiệt độ phòng và để ở nhiệt độ 500°C để đốt cháy giấy lọc. Trộn tro với 4 g ± 0,1 g natri cacbonat khan (6.3.8) và đốt mạnh để nóng chảy hỗn hợp, duy trì ở trạng thái nóng chảy 15 phút. Để nguội.

Thêm 500 ml nước vào bát cô mẫu platin, làm ấm để hoà tan hỗn hợp nóng chảy, sau đó lọc dung dịch qua giấy lọc thô. Rửa giấy lọc bằng 20 ml nước. Tiến hành theo mô tả trong 6.6.2 đến 6.6.6 bắt đầu từ “thêm 2 giọt chất chỉ thị metyl da cam...” với hỗn hợp dịch lọc và nước rửa.

Chú ý rằng khi thêm axit khí cacbon dioxit thoát ra rất mạnh.

Tính nồng độ sunfat tăng thêm, bằng miligam trên lít, theo mô tả trong 6.7 và cộng với nồng độ sunfat hoà tan xác định được trên dịch lọc tạo thành trong quá trình xử lý (6.6.2) để có được nồng độ sunfat toàn phần.

6.10 Chú thích về cách tiến hành

6.10.1 Rửa các phễu thuỷ tinh xốp đã sử dụng

6.10.2 Có thể loại bỏ bari sunfat khỏi chén nung sau khi phân tích, bằng cách ngâm qua đêm trong dung dịch chứa 5 g dinatri etylenđiaminetetraaxetat (EDTA, muối dinatri) và khoảng 25 ml etanolmin ($\text{NH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH}$) trên lít nước. Sau khi ngâm xong, rửa chén bằng nước rút ra trước khi sấy và sử dụng lại trong phân tích tiếp theo.

Chương 7 : Độ chính xác của phương pháp thử và báo cáo kết quả

7.1 Độ lặp lại và độ tái lập

Các kết quả thử của liên phòng thí nghiệm đối với ba phương pháp chiết và xác định sunfat được đưa ra trong phụ lục A.

7.2 Báo cáo kết quả

7.3 Báo cáo kết quả phải gồm thông tin sau:

- a) theo tiêu chuẩn này;
- b) mọi thông tin cần thiết về việc nhận biết đầy đủ mẫu thử;
- c) các chi tiết chuẩn bị mẫu thử;
- d) bất kỳ một qui trình đặc biệt nào được sử dụng;
- e) độ lặp lại đạt được;
- f) kết quả biểu thị đến số thích hợp có nghĩa và phương pháp biểu thị đã sử dụng;
- g) 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.

Phụ lục A

(tham khảo)

Các kết quả thử giữa các phòng thí nghiệm

Một thử nghiệm liên phòng thí nghiệm đã tiến hành thử nghiệm các qui trình qui định trong tiêu chuẩn này. Trong thử nghiệm này, có 11 phòng thí nghiệm tham gia để xác định nồng độ sunfat có thể tan trong axit và tan trong nước của bốn loại đất và hàm lượng sunfat của một dung dịch.

Các đặc tính của đất đã được phân tích và cho trong bảng A.1.

Độ lặp lại (r) và độ tái lập (R) của kết quả phân tích các mẫu đất nêu trong các bảng từ A.3 đến A.5.

Các giá trị này được tính theo TCVN 4550 – 89 (ISO 5725). Độ chính xác của các phương pháp thử – Xác định độ lặp lại và độ tái lập với phương pháp thử chuẩn bằng các thử nghiệm của liên phòng thí nghiệm.

Bảng A.1 – Các đặc tính của đất đã được sử dụng cho các thử nghiệm liên phòng thí nghiệm để xác định sunfat

Đất	Mô tả
A	Đất tự nhiên (C) có bổ sung thạch cao – sunfat có thể hoà tan trong nước được khống chế bởi giới hạn độ hoà tan của thạch cao
B	Đất tự nhiên (C) có bổ sung natri sunfat – sunfat có nồng độ cao trong nước
C	Đất tự nhiên
D	Đất/đất khu công nghiệp bị ô nhiễm

Bảng A.2 – Các kết quả thử liên phòng thí nghiệm về việc xác định sunfat trong dung dịch thử

Số phòng thí nghiệm còn lại sau khi trừ số phòng không đạt	10
Số phòng thí nghiệm không đạt	1
Số kết quả chấp nhận	20
Giá trị trung bình, mg/l	5 247
Độ lệch chuẩn của độ lặp lại (S_r), mg/l	58
Độ lệch chuẩn tương đối của độ lặp lại, %	1,11
Giới hạn độ lặp lại, ($r = 2,8 \times S_r$), mg/l	164
Độ lệch chuẩn của độ tái lập (S_r), mg/l	273
Độ lệch chuẩn tương đối của độ tái lập, %	5,20
Giới hạn độ tái lập, ($r = 2,8 \times S_r$), mg/l	764

Bảng A.3 – Các kết quả thử liên phòng thí nghiệm về việc
xác định sunfat có thể tan trong axit của các loại đất thử nghiệm

Đất	A	B	C	D
Số phòng thí nghiệm còn lại sau khi trừ số không đạt	7	8	10	7
Số phòng thí nghiệm không đạt	0	0	0	0
Số kết quả được chấp nhận	14	16	20	14
Giá trị trung bình, % đất được làm khô trong không khí	1,397	2,836	0,175	1,048
Độ lệch chuẩn của độ lặp lại (s_r), % đất được làm khô trong không khí	0,099	0,265	0,019	0,080
Độ lệch chuẩn tương đối của độ lặp lại (%)	7,07	9,35	10,93	7,65
Giới hạn của độ lặp lại ($r = 2,8 \times s_r$), % đất được làm khô trong không khí	0,276	0,742	0,054	0,225
Độ lệch chuẩn của độ tái lập (s_R), % đất được làm khô trong không khí	0,099	0,339	0,092	0,168
Độ lệch chuẩn tương đối của độ tái lập (%)	7,10	11,97	52,51	16,06
Giới hạn của độ tái lập ($R = 2,8 \times s_R$), % đất được làm khô trong không khí	0,278	0,950	0,258	0,472

Bảng A.4 – Các kết quả thử liên phòng thí nghiệm về việc
xác định sunfat có thể tan trong dịch chiết 1 đất : 5 nước

Đất	A	B	C	D
Số phòng thí nghiệm còn lại sau khi trừ số không đạt	11	10	11	10
Số phòng thí nghiệm không đạt	0	0	0	0
Số kết quả được chấp nhận	22	20	22	20
Giá trị trung bình, % đất được làm khô trong không khí	0,738	2,785	0,095	0,636
Độ lệch chuẩn của độ lặp lại (s_r), % đất được làm khô trong không khí	0,032	0,083	0,007	0,016
Độ lệch chuẩn tương đối của độ lặp lại (%)	4,28	2,98	7,33	2,59
Giới hạn của độ lặp lại ($r = 2,8 \times s_r$), % đất được làm khô trong không khí	0,088	0,233	0,020	0,046
Độ lệch chuẩn của độ tái lập (s_R), % đất được làm khô trong không khí	0,068	0,234	0,094	0,096
Độ lệch chuẩn tương đối của độ tái lập (%)	9,29	8,40	35,37	15,14
Giới hạn của độ tái lập ($R = 2,8 \times s_R$), % đất được làm	0,192	0,655	0,263	0,270

khô trong không khí

**Bảng A.5 – Các kết quả thử liên phòng thí nghiệm về việc
xác định sunfat có thể tan trong dung dịch chiết 1 đất : 2 nước**

Đất	A	B	C	D
Số phòng thí nghiệm còn lại sau khi trừ số không đạt	10	9	11	9
Số phòng thí nghiệm không đạt	0	0	0	0
Số kết quả được chấp nhận	20	18	22	18
Giá trị trung bình, % đất được làm khô trong không khí	0,293	2,450	0,091	0,298
Độ lệch chuẩn của độ lặp lại (s_r), % đất được làm khô trong không khí	0,016	0,144	0,013	0,017
Độ lệch chuẩn tương đối của độ lặp lại (%)	5,49	5,90	14,12	5,69
Giới hạn của độ lặp lại ($r = 2,8 \times s_r$), % đất được làm khô trong không khí	0,045	0,405	0,035	0,047
Độ lệch chuẩn của độ tái lập (s_R), % đất được làm khô trong không khí	0,027	0,429	0,026	0,039
Độ lệch chuẩn tương đối của độ tái lập (%)	9,32	17,52	28,98	13,17
Giới hạn của độ tái lập ($R = 2,8 \times s_R$), % đất được làm khô trong không khí	0,076	1,202	0,074	0,110