

Chất lượng đất - Xác định pH

Soil quality - Determination of PH

1. Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định pH sử dụng điện cực thuỷ tinh trong huyền phù 1:5 (V/V) của đất trong nước (pH - HO). Trong dung dịch 1 mol/l kaliclorua (pH - KCl) hoặc trong dung dịch 0,01 mol/l canxi clorua (pH - CaCl₂).

Tiêu chuẩn này áp dụng cho tất cả các loại mẫu đất làm khô ngoài không khí. Ví dụ như: đất đá được xử lý trước theo ISO 11464.

2. Tiêu chuẩn trích dẫn

Những tiêu chuẩn sau được sử dụng cùng với tiêu chuẩn này. Các tiêu chuẩn đều được soát xét lại một cách thường xuyên. Vì vậy, khuyến khích sử dụng những tiêu chuẩn mới nhất.

ISO 1770 : 1981. Nhiệt kế công dụng chung có thân cứng.

ISO 3696 : 1987. Nước dùng cho phòng thí nghiệm phân tích - Đặc trưng kỹ thuật và phương pháp thử.

ISO 1144 : Chất lượng đất - Xử lý trước mẫu cho phương pháp phân tích hoá lí.

3. Nguyên tắc

Huyền phù đất được điều chế, có thể tích gấp 5 lần thể tích đất, từ một trong những chất dưới đây :

- Nước

- Dung dịch kali clorua (KCl) 1 mol/l trong nước .

- Dung dịch canxi clorua (CaCl₂) 0,01mol/l trong nước

pH của huyền phù được đo bằng pH - mét.

Chú thích: Để xây dựng một quy trình tổng quát áp dụng cho tất cả các loại mẫu, đất cần lựa chọn tỉ lệ V/V thích hợp: vì sau đó có thể xử lý tất cả các loại đất bằng cùng một phương pháp. Nếu tỉ số m/V đã được lựa chọn, lượng còn của mẫu thử sẽ được điều chỉnh cho các loại đất có tỉ trọng khối lượng riêng thấp để có thể dùng để điều chế huyền phù. Để đạt mục đích đó cần lấy thể tích đòi hỏi của phần thử bằng một cái thìa đong chính xác.

4. Thuốc thử

Chỉ dùng các thuốc thử tinh khiết phân tích .

4.1. Nước có độ dẫn điện riêng không lớn hơn 0,2 mS/m ở 25⁰C và pH lớn hơn 5,6 (nước loại 2 theo ISO 3696).

4.2. Dung dịch kali clorua (KCl), nồng độ = 1 mol/l

Hoà tan 74,5g kali clorua trong nước (4. 1) và pha loãng đến 1000ml ở 20⁰C

4.3. Dung dịch canxi clorua (CaCl) , nồng độ = 0,01 mol/l

Hoà tan 1,47g canxi clorua ngậm nước (CaCl₂ H₂O) trong nước (4.1) và pha loãng đến 1000ml ở 20⁰C.

4.4. Các dung dịch để chuẩn hoá pH- mét.

Sử dụng ít nhất hai trong số các dung dịch chuẩn sau đây

- 4.4.1. Dung dịch đệm chuẩn có pH 4,00 ở 20°C
Hoà tan 10,21 gam kali hidro phtalat ($C_8H_5O_4K$) trong nước (4.1) và pha loãng đến 1000ml ở 20°C.
Kali hidro phtalat phải được làm khô ở 110°C tới 120°C trong 2 giờ trước khi sử dụng.
- 4.4.2. Dung dịch có pH 7,00 ở 20°C
Hoà tan 3,800 gam kali đihidro photphat (KH_2PO_4) và 3,415 gam dinatri hidro photphat (Na_2HPO_4) trong nước (4.1) và pha loãng đến 1000ml ở 20°C.
Kali đihidro photphat được làm khô ở 110°C đến 120°C trong 2 giờ trước khi sử dụng
- 4.4.3. Dung dịch đệm có pH 9,22 ở 20°C.
Hoà tan 3,80 bôram dinatri tetraborat ngậm mồi nước ($Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$) trong nước (4.1) và pha loãng đến 1000ml ở 20°C.

Chú thích:

- 1) Dinatri tetraborat có thể mất nước kết tinh khi được bảo quản trong kho sau một thời gian dài.
- 2) Các dung dịch đệm 4.1.1, 4.2.2 và 4.3.3 bên trong một tháng nếu được giữ trong bình Polyetylen
- 3) Cũng như có thể sử dụng các dung dịch đệm nước được bán sẵn.

5. Các thiết bị

- 5.1. Máy lắc trộn
- 5.2. pH- met có thể điều chỉnh độ dốc và nhiệt độ
- 5.3. Điện cực thuỷ tinh và một điện cực so sánh hoặc một điện cực, tổ hợp có đặc tính tương đương.

Chú thích:

- 1) Trong những trường hợp giá trị PH lớn hơn, một điện cực đặc biệt sẽ được dùng cho khoảng này.
- 2) Trong các hệ đất có nhiều nguy cơ làm hỏng do gãy hoặc nhiễm bẩn điện cực

- 5.4. Nhiệt kế có thang đo tới 11°C phù hợp với loại C theo ISO 1770.
- 5.5. Bình mẫu có thể tích nhỏ nhất là 50ml bằng thuỷ tinh bosilicat hoặc polyetylen nắp kín hoặc nút.
- 5.6. Thìa có thể tích ít nhất là 5,0ml.

6. Mẫu phòng thí nghiệm.

Dùng một phần những hạt của mẫu đất được làm khô ngoài không khí hoặc mẫu đất được làm khô ở nhiệt độ không cao hơn 40°C lọc qua cái rây lỗ vuông kích thước 2mm. Ví dụ như : có thể dùng mẫu đất được xử lí trước theo ISO 11464.

Chú thích :

Sự làm khô có thể ảnh hưởng đến pH của đất. Trong một số mẫu đất đặc biệt là những mẫu có chứa sunfua sự làm khô có thể làm thấp giá trị pH nhiều.

7. Quy trình

- 7.1. Chuẩn bị huyền phù
 - 7.1.1. Lấy một phần mẫu thử đại diện, ít nhất là 5ml từ mẫu thử phòng thí nghiệm bằng thìa (5.6).

- 7.1.2. Cho phân mẫu thử vào bình mẫu (5.5) và thêm vào một thể tích nước (4.1) hoặc dung dịch kali clorua (4.2) hoặc dung dịch canxi clorua (4.3) gấp 5 lần thể tích của nó.
- 7.1.3. Trộn hoặc lắc mạnh huyền phù bằng máy lắc hoặc máy trộn cơ học trong 5 phút và chờ ít nhất 2 giờ nhưng không lâu hơn 24 giờ.

Chú thích :

- 1) Trong hầu hết các loại đất cân bằng đạt được trong vòng 2 giờ. Trong trường hợp này có thể đo sau 2 giờ.
- 2) Trong một số loại đất nhiễm bari hoặc đất chứa cacbonat sự cân bằng pH không thể đạt được trong khoảng thời gian quy định trong 7.1.3. Do đó những giá trị này quá thấp hoặc quá cao so với cân bằng tự nhiên, tình hình này xảy ra là do sự biến đổi chậm trong hệ đệm. Để kiểm tra xem có phải là như vậy hay không cần đo pH theo tiêu chuẩn này ít nhất hai lần khác nhau giữa 2 và 24 giờ lắc. Trong trường hợp này hai hoặc một số giá trị pH lớn hơn cần phải được báo cáo để chia ra pH gần đúng nhất của đất và bản chất của phép đo không ổn định cũng cần phải báo cáo trong khoản e của báo cáo thí nghiệm.

7.2. Chuẩn hoá máy pH-mét

Chuẩn hoá máy pH- mét theo hướng dẫn đã ghi trong sách hướng dẫn của nơi sản xuất, dùng các dung dịch đệm đã cho trong 4.4.

Chú thích:

Dùng các điện cực còn mới nguyên, cân bằng thường đạt được sau 30 giây.

7.3. Đo pH

Điều chỉnh máy pH-mét theo các điều chỉ dẫn trong sách hướng dẫn của nơi sản xuất. Đo nhiệt độ của huyền phù và chú ý rằng nhiệt độ của dung dịch đệm và của huyền phù đất không được khác nhau hơn 1°C. Lắc huyền phù cẩn thận ngay trước khi đo pH. Đo pH trong huyền phù lắng, đọc giá trị pH sau khi trạng thái ổn định đã đạt được chú ý ghi giá trị pH tới hai số lẻ.

Chú thích :

- 1) Nếu sử dụng pH-mét kim dao động, số lẻ thập phân thứ hai chỉ là ước lượng.
- 2) Khi giá trị pH đo được trong vòng 5 giây không khác nhau quá 0,02 đơn vị thì phép đo có thể được coi là ổn định. Thời gian đòi hỏi cho sự ổn định thường là 1 phút hoặc nhỏ hơn nhưng có thể còn phụ thuộc vào một số yếu tố sau:

Giá trị pH (ở giá trị pH cao, đạt tới trạng thái ổn định không hạn).

- Chất lượng của điện cực thuỷ tinh (sự khác nhau trong công nghiệp chế tạo giữa các điện cực) và thời hạn sử dụng của chúng.

- Môi trường dùng để đo pH (sự ổn định trong môi trường KCl hoặc là CaCl₂ đạt tới nhanh hơn so với trong nước).

- Sự khác nhau về giá trị pH giữa các mẫu trong cùng một dãy đó.

- Thực hiện sự khuấy trộn cơ học trước khi đo có thể giúp đạt kết quả ổn định trong thời gian ngắn.

- 3) Trong các mẫu có hàm lượng chất hữu cơ cao (đất, than bùn, đất trồng trong chậu...) hiệu ứng huyền phù có thể đóng một vai trò quan trọng. Đối với đất đá vôi, huyền phù có thể hấp thụ cacbon dioxit. Trong những trường hợp như vậy khó đạt tới một giá trị pH cân bằng.

8. Độ lặp lại :

Độ lặp lại của phép đo pH trong 2 huyền phù được điều chế riêng biệt sẽ phải thoả mãn những yêu cầu theo bảng 1 sau đây :

Bảng 1 - Độ lặp lại

Dãy pH	Dao động chấp nhận được
pH ≤ 7.00	0,15
7.00 < pH < 7.50	0,20
7.50 ≤ pH ≤ 8.00	0,30
pH > 8.00	0,40

Bảng tóm tắt những kết quả thử nghiệm giữa các phòng thí nghiệm về phép xác định pH của đất được cho ở phụ lục A.

9. Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải bao gồm những thông tin sau đây :

- a. Giới thiệu tiêu chuẩn này
- b. Tất cả thông tin cần thiết để nhận dạng đầy đủ mẫu đất.
- c. Môi trường được dùng để tạo huyền phù : pH - H₂O, pH - KCl, pH - CaCl₂ đã được xác định.
- d. Kết quả xác định chính xác đến 0,1 đơn vị pH
- e. Bất kì những khó khăn nào đã xảy ra trong khi thiết lập điều kiện cân bằng.
- f. Những chi tiết của bất kì động tác nào không được nói tới trong tiêu chuẩn được coi như tự chọn, cũng như mọi yếu tố có thể ảnh hưởng đến kết quả.
- g.

Phụ lục A

Những kết quả thử liên phòng thí nghiệm xác định pH của đất

Một thử nghiệm liên phòng thí nghiệm đã được trường Đại học Nông nghiệp Wageningen tổ chức trong năm 1990 để kiểm tra quy trình nói trong tiêu chuẩn này.

Trong thử nghiệm liên phòng thí nghiệm này, 30 phòng thí nghiệm đã thực hiện phép xác định pH của 5 loại đất.

Tóm tắt kết quả thử nghiệm liên phòng thí nghiệm được dẫn ra trong các bảng từ A.1 đến A.3.

Các mẫu 1 và 4 trong bảng này là các mẫu kép lấy ở Pháp, là loại đất được tạo thành từ đá granit. Mẫu 2 là hoàng thổ cũng được lấy ở Pháp. Mẫu 8 và mẫu 5 được lấy ở Hà Lan. Mẫu 3 là đất than bùn và mẫu 5 là đất cát.

Độ lặp lại r và độ tái lớp - R được dẫn ra trong các bảng này được tính toán theo ISO 5725 : 1986. Độ chính xác của các phương pháp thử - Xác định độ lặp lại và độ tái lớp đối với một phương pháp thử chuẩn bằng các phép thử liên phòng thí nghiệm.

Bảng A.1 - Kết quả thử nghiệm xác định pH – H₂O liên phòng thí nghiệm

Mẫu số	1	2	3	4	5
Số phòng thí nghiệm được giữ lại	30	30	30	30	30
Số phòng thí nghiệm bị loại ra	-	-	-	-	-
Số kết quả được chấp nhận.	60	60	60	60	60
Giá trị trung bình	8,066	8,259	5,469	8,086	4,500
Độ lệch chuẩn của độ lặp lại (S _i)	0,066	0,071	0,102	0,091	0,078
Độ lệch chuẩn tương đối của độ lặp lại (%)	0,819	0,854	1,867	1,122	1,735
Giới hạn độ lặp lại (r = 2,8 x Sr)	0,185	0,198	0,286	0,254	0,219
Độ lệch chuẩn của độ tái lập (Sr)	0,276	0,232	0,182	0,259	0,177
Độ lệch chuẩn tương đối của độ tái lập (%)	0,423	2,809	3,327	3,198	3,927
Giới hạn độ tái lập (r = 2,8 x S _r)	0,773	0,650	0,509	0,724	0,495

Bảng A.2 – Kết quả thử nghiệm xác định pH – KCl liên phòng thí nghiệm

Mẫu số	1	2	3	4	5
Số phòng thí nghiệm được giữ lại	30	30	30	30	30
Số phòng thí nghiệm bị loại ra	-	-	-	-	-
Số kết quả được chấp nhận.	60	60	60	60	60
Giá trị trung bình	7,487	7,683	4,883	7,506	4,159
Độ lệch chuẩn của độ lặp lại (S _i)	0,076	0,054	0,066	0,067	0,056
Độ lệch chuẩn tương đối của độ lặp lại (%)	1,013	0,706	1,355	0,888	1,343
Giới hạn độ lặp lại (r = 2,8 x Sr)	0,212	0,152	0,185	0,187	0,156
Độ lệch chuẩn của độ tái lập (Sr)	0,190	0,179	0,129	0,185	0,127
Độ lệch chuẩn tương đối của độ tái lập (%)	2,544	2,334	2,637	2,464	0,355
Giới hạn độ tái lập (r = 2,8 x S _r)	0,533	0,502	0,361	0,518	0,356

Bảng A.3 – Kết quả thử nghiệm xác định pH – CaCl₂ giữa các phòng thí nghiệm

Mẫu số	1	2	3	4	5
Số phòng thí nghiệm được giữ lại	30	30	30	30	30
Số phòng thí nghiệm bị loại ra	-	-	-	-	-
Số kết quả được chấp nhận.	60	60	60	60	60
Giá trị trung bình	7,374	7,410	4,927	7,381	4,260
Độ lệch chuẩn của độ lặp lại (S _i)	0,075	0,058	0,039	0,075	0,052
Độ lệch chuẩn tương đối của độ lặp lại (%)	1,022	0,787	0,785	1,022	1,231
Giới hạn độ lặp lại (r = 2,8 x Sr)	0,211	0,163	0,108	0,211	0,147
Độ lệch chuẩn của độ tái lập (Sr)	0,260	0,240	0,173	0,236	0,178
Độ lệch chuẩn tương đối của độ tái lập (%)	3,520	3,234	3,513	3,198	4,183
Giới hạn độ tái lập (r = 2,8 x S _r)	0,727	0,671	0,785	0,661	0,499