

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 1121.18—2006

土壤检测 第 18 部分：土壤硫酸根离子含量的测定

Soil Testing
Part 18: Method for determination of soil sulfate content

2006-07-10 发布

2006-10-01 实施



中华人民共和国农业部 发布

前 言

NY/T 1121 《土壤检测》为系列标准,包括以下部分:

- 第1部分:土壤样品的采集、处理和贮存
 - 第2部分:土壤 pH 的测定
 - 第3部分:土壤机械组成的测定
 - 第4部分:土壤容重的测定
 - 第5部分:石灰性土壤阳离子交换量的测定
 - 第6部分:土壤有机质的测定
 - 第7部分:酸性土壤有效磷的测定
 - 第8部分:土壤有效硼的测定
 - 第9部分:土壤有效钼的测定
 - 第10部分:土壤总汞的测定
 - 第11部分:土壤总砷的测定
 - 第12部分:土壤总铬的测定
 - 第13部分:土壤交换性钙和镁的测定
 - 第14部分:土壤有效硫的测定
 - 第15部分:土壤有效硅的测定
 - 第16部分:土壤水溶性盐总量的测定
 - 第17部分:土壤氯离子含量的测定
 - 第18部分:土壤硫酸根离子含量的测定
-

本部分为 NY/T 1121 的第18部分。

本部分由中华人民共和国农业部提出并归口。

本部分起草单位:全国农业技术推广服务中心、中国农业科学院农业资源与农业区划研究所、山东省土壤肥料总站。

本部分主要起草人:田有国、辛景树、任意、龙怀玉、李涛、万广华、郑磊。

土 壤 检 测

第 18 部分：土壤硫酸根离子含量的测定

1 应用范围

本部分适用于各类型土壤中水溶液 SO_4^{2-} 的测定。

2 方法提要

在土壤浸出液中加入钡镁混合液, Ba^{2+} 将溶液中的 SO_4^{2-} 完全沉淀并过量。过量的 Ba^{2+} 和加入的 Mg^{2+} , 连同浸出液中原有的 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} , 在 pH 10.0 的条件下, 以络黑 T 为指示剂, 用 EDTA 标准溶液滴定, 由沉淀 SO_4^{2-} 净消耗的 Ba^{2+} 量, 计算吸取的浸出液中 SO_4^{2-} 量。添加一定量的 Mg^{2+} , 可使终点清晰。为了防治 BaCO_3 沉淀生成, 土壤浸出液必须酸化, 同时加热至沸以赶走 CO_2 , 并趁热加入钡镁混合液, 以促进 BaSO_4 沉淀熟化。

吸取的土壤浸出液中 SO_4^{2-} 量的适宜范围约为 0.5 mg~10.0 mg, 如 SO_4^{2-} 浓度过大, 应减少浸出液的用量。

3 试剂

3.1 (1+1) 盐酸溶液

3.2 钡镁混合液

称取 2.44 g 氯化钡 ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 和 2.04 g 氯化镁 ($\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 溶于水, 稀释至 1 L。此溶液中 Ba^{2+} 和 Mg^{2+} 的浓度各为 0.01 mol/L, 每毫升约可沉淀 SO_4^{2-} 1 mg。

3.3 pH10 氨缓冲溶液

称取 67.5 g 氯化铵溶于去 CO_2 水中, 加入新开瓶的浓氨水 (含 NH_3 25%) 570 mL, 用水稀释至 1 L, 贮于塑料瓶中, 注意防治吸收空气中 CO_2 。

3.4 0.02 mol/L EDTA 标准溶液

称取 7.440 g 乙二胺四乙酸二钠, 溶于水中, 定容至 1 L。称取 0.25 g (精确至 0.000 1 g) 于 800℃ 灼烧至恒量的基准氧化锌放入 50 mL 烧杯中, 用少量水湿润, 滴加 6 mol/L 盐酸至样品溶解, 移入 250 mL 容量瓶中, 定容。取 25.00 mL, 加入 70 mL 水, 用 10% 氨水中和至 pH 7~8, 加 10 mL 氨—氯化铵缓冲溶液 (pH 10), 加 5 滴络黑 T 指示剂, 用配置待标定的 0.02 mol/L 乙二胺四乙酸二钠溶液滴定至溶液由紫色变为纯蓝色, 同时作空白试验。乙二胺四乙酸二钠标准溶液的准确浓度由式 (1) 计算:

$$c = \frac{m}{(V_1 - V_2) \times 0.08138} \quad \text{..... (1)}$$

式中:

c ——乙二胺四乙酸二钠标准溶液浓度, 单位为摩尔每升 (mol/L);

m ——称取氧化锌的量, 单位为克 (g);

V_1 ——乙二胺四乙酸二钠溶液用量, 单位为毫升 (mL);

V_2 ——空白试验乙二胺四乙酸二钠溶液的用量, 单位为毫升 (mL);

0.08138 ——氧化锌的毫摩尔质量, 单位为克 (g)。

3.5 络黑 T 指示剂

称取 0.5 g 络黑 T 与 100 g 烘干的氯化钠, 共研至极细, 贮于棕色瓶中。

4 分析步骤

- 1) 称取通过 2 mm 筛孔风干土壤样品 50 g(精确到 0.01 g),放入 500 mL 大口塑料瓶中,加入 250 mL 无二氧化碳蒸馏水。
- 2) 将塑料瓶用橡皮塞塞紧后在振荡机上振荡 3 min。
- 3) 振荡后立即抽气过滤,开始滤出的 10 mL 滤液弃去,以获得清亮的滤液,加塞备用。
- 4) 吸取待测液 5.00 mL~25.00 mL(视 SO_4^{2-} 含量而定)于 150 mL 三角瓶中,加(1+1)盐酸溶液 2 滴,加热煮沸,趁热缓缓地加入过量 25%~100%的钡镁混合液(约 5.00 mL~20.00 mL),并继续煮沸 3 min,放置 2 h 后,加入氨缓冲液 5 mL,络黑 T 指示剂 1 小勺(约 0.1 g),摇匀后立即用 EDTA 标准溶液滴定至溶液由酒红色突变为纯蓝色,记录消耗 EDTA 标准溶液的体积(V_2)。
- 5) 空白(钡镁混合液)标定:取与以上所吸待测液同量的蒸馏水于 150 mL 三角瓶中,以下操作与上述待测液测定相同。记录消耗 EDTA 标准溶液的体积(V_0)。
- 6) 待测液中 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 含量的测定:吸取同体积待测液于 150 mL 三角瓶中,加(1+1)盐酸溶液 2 滴,充分摇动,煮沸 1 min 赶 CO_2 ,冷却后,加 pH10.0 氨缓冲液 4 mL,加络黑 T 指示剂 1 小勺(约 0.1 g),用 EDTA 标准溶液滴定至溶液由酒红色突变为纯蓝色为终点。记录消耗 EDTA 标准溶液的体积(V_1)。

5 结果计算

$$\text{SO}_4^{2-}, \text{mmol}(\frac{1}{2}\text{SO}_4^{2-})/\text{kg} = \frac{2c(V_0 + V_1 - V_2)D}{m} \times 1000 \dots\dots\dots (2)$$

$$\text{SO}_4^{2-}, \text{g}/\text{kg} = \text{SO}_4^{2-}, \text{mmol}(\frac{1}{2}\text{SO}_4^{2-})/\text{kg} \times 0.0480 \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- c —— EDTA 标准溶液浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
 - m —— 称取试样质量,单位为克(g),本试验为 50 g;
 - D —— 分取倍数,250/5~25;
 - V_0 —— 空白试验所消耗 EDTA 标准溶液体积,单位为毫升(mL);
 - V_1 —— 滴定待测液 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 含量所消耗 EDTA 标准溶液体积,单位为毫升(mL);
 - V_2 —— 滴定待测液中 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 及与 SO_4^{2-} 作用后剩余钡镁混合液中 Ba^{2+} 、 Mg^{2+} 所消耗 EDTA 标准溶液体积,单位为毫升(mL);
 - 1 000 —— 换算为每千克含量;
 - 0.048 0 —— $1/2\text{SO}_4^{2-}$ 的毫摩尔质量,单位为克(g)。
- 平行测定结果用算术平均值表示,保留两位小数。

6 精密度

按表 1 规定的方法测定。

表 1 硫酸根离子平行测定结果允许相对相差

硫酸根离子含量范围,mmol/kg	相对相差,%
<2.5	15~20
2.5~5.0	10~15
5.0~25	5~10
>25	<5

7 注意事项

- 1) 若吸取的土壤待测液中 SO_4^{2-} 含量过高时,可能出现加入的 Ba^{2+} 量不能将 SO_4^{2-} 沉淀完全的情况,此时滴定值表现为 $V_1 + V_0 - V_2 \approx V_0/2$,此时应将土壤待测液的吸取量减少,重新滴定,以使 $V_1 + V_0 - V_2 < V_0/2$,但改吸后测定待测液 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 含量的吸取待测液量也应相应改变。
- 2) 加入钡镁混合液后,若生成的 BaSO_4 沉淀很多,影响滴定终点的观察,可用滤纸过滤,并用热水少量多次洗涤至无 SO_4^{2-} ,滤液再用来滴定。

www.hmdzkj.com

