

F-HZ-DZ-TR-0066

土壤—全硫的测定—间接容量法

1 范围

本方法适用于土壤全硫的测定。

2 原理

取碱熔脱硅后的系统分析溶液,加入过量的氯化钡溶液使溶液中的硫呈硫酸钡沉淀完全,过量的钡以 EDTA 标准溶液滴定,根据消耗于硫酸钡沉淀的钡量,计算全硫量。

3 试剂

3.1 EDTA 标准溶液:0.0100mol/L,称取已在 80℃烘干 2h 的乙二胺四乙酸二钠 3.7225g(EDTA, $\text{Na}_2\text{H}_2\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{O}_2\text{N}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$),精确至 0.0001g,溶于 1000mL 水中。

3.2 钡、镁混合液:称取 2.44g 氯化钡 ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 和 2.04g 氯化镁 ($\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 溶于水,再加水稀释至 1000mL。此混合液钡、镁浓度各为 0.01mol/L,每 mL 约可沉淀 1mg 硫酸根(相当于 0.3338mg 硫)。

3.3 缓冲溶液:称取 67.5g 氯化铵,溶于水中,加入 570mL 氢氧化铵(ρ 0.90g/mL),再加水稀释至 1000mL,缓冲溶液 pH10。

3.4 酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 混合指示剂:称取 0.5g 酸性铬蓝 K 和 1.0g 萘酚绿 B,与 100g 于 105℃烘过的氯化钠相互研细磨匀,贮于棕色瓶中。

3.5 盐酸溶液,1+3。

3.6 氢氧化钠溶液:称取 20g 氢氧化钠,溶于 100mL 水中。

4 仪器

4.1 锥形瓶,150mL。

5 操作步骤

5.1 吸取 20.00mL~50.00mL 碱熔脱硅后的系统分析溶液[F-HZ-DZ-TR-0085 土壤矿质全量元素(硅)的测定(动物胶凝聚质量法)或 F-HZ-DZ-TR-0086 土壤矿质全量元素(硅)的测定(聚环氧乙烷凝聚质量法)]置于 150mL 锥形瓶中,用氢氧化钠溶液逐滴加入至刚出现氢氧化物沉淀为止,再用盐酸溶液酸化至沉淀消失后过量 1mL。加热至沸赶除二氧化碳,趁热缓慢加入过量 25%~100%的钡、镁混合液使硫酸钡沉淀完全,继续煮沸 5min,待充分冷却后放置 2h 以上。

5.2 加入 3.5mL 缓冲溶液,摇匀,再加入 0.2g 酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 混合指示剂,摇匀后立即以 EDTA 标准溶液滴定至由红色变成蓝色。

5.3 另取与待测溶液同体积的水,同样加入 1mL 盐酸溶液、相同量钡、镁混合液、3.5mL 缓冲溶液和 0.2g 酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 混合指示剂,用 EDTA 标准溶液滴定,作为空白试验。

注 1:加入镁的目的在于使滴定终点明确,因钡与 EDTA 形成的络合物不如镁络合物稳定。由于取代反应,镁起最后指示终点作用,使终点明显。

注 2:如果待测溶液有色,可蒸干后用过氧化氢去色,再用水溶解后滴定。

注 3:硫酸钡沉淀时的溶液酸度应掌握在 0.025mol/L 左右,勿使过酸,否则会增加值硫酸钡溶解度。

6 结果计算

按下式计算土壤全硫量:

$$W_s = \frac{[V_2 - (V_1 - V_3)] \times C \times t \times 0.096 \times 0.3338}{m \times K \times 10} \times 1000$$

式中:

W_s ——全硫量, g/kg;

V_1 ——EDTA 标准溶液用量, mL;

V_2 ——空白试验消耗 EDTA 标准溶液体积, mL;
 V_3 ——同体积试液中含有钙镁消耗 EDTA 标准溶液体积, mL;
 C ——EDTA 标准溶液浓度, mol/L;
 t ——分取倍数 (碱熔脱硅后系统分析溶液体积 250mL/吸取溶液体积 mL);
 0.096——硫酸根离子的毫摩尔质量, g/mmol;
 0.3338——硫酸根离子换算成硫的系数;
 m ——风干土样质量, g;
 K ——风干土样换算成烘干土样的水分换算系数。

7 允许差

样品进行两份平行测定, 取其算术平均值, 取两位小数 (大于 5g/kg 取一位小数)。两份平行测定结果允许差按表 1 规定。

表 1 全硫测定允许差

全硫量(g/kg)	允许差(g/kg)
5~50	0.1~1
2~5	0.08~0.1
<2	<0.08

8 参考文献

[1] LY/T1255-1999. 森林土壤全硫的测定.