

电位滴定法测定土壤中硫酸根含量

一、前言

土壤中硫酸根离子的含量不仅会因土壤含盐量过多而影响作物生长,也会使埋藏于地下的管道设施产生严重的腐蚀而老化,造成重大的漏损事故。所以检测土壤中的硫酸根含量有很重要的意义。

本方法采用电位滴定法测定其中硫酸根含量,先用过量的氯化钡将溶液中的硫酸根沉淀完全,过量的钡离子连同浸出液中原有的钙和镁离子,在 pH=10 条件下,用 EDTA 标准溶液滴定至电位突跃的终点。为了终点清晰,应添加一定量的镁离子。由净消耗的钡离子量即可计算硫酸根量。

二、仪器与试剂

2.1、仪器

T960 全自动滴定仪, 钙离子离子选择电极, 分析天平等

2.2、试剂

钡镁混合剂: (1.22 g 氯化钡($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)和 1.02g 氯化镁($\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$))溶于水, 稀释至 500 mL, 此溶液中钡与镁离子的浓度各为 0.01 mol/L, 每毫升约可沉淀硫酸根 1000 μg , EDTA 标准溶液(0.02mol/L), 盐酸溶液 (1+4), 氨-氯化铵缓冲溶液 (pH=10)。

三、实验方法

3.1、分析步骤

3.1.1 土壤样品制备

用天平准确称取通过 2 mm 筛孔的风干土样 50.0 g, 放入干燥的 500 mL 锥形瓶中。用量筒准确加入无二氧化碳的纯水 250 mL, 加塞, 振荡 3 min。

按土壤悬浊液是否易滤清的情况, 选用下列方法之一过滤, 以获得清亮的浸出液, 滤液用干燥锥形瓶承接。全部滤完后, 将滤液充分摇匀, 塞好, 供测定用。

容易滤清的土壤悬浊液: 用滤纸在 7 cm 直径漏斗上过滤, 或用布氏漏斗抽滤, 滤斗上用表面皿盖好, 以减少蒸发。最初的滤液常呈浑浊状, 必须重复过滤至清亮为止。

较难滤清的土壤悬浊液: 用皱折的双层紧密滤纸在 10 cm 直径漏斗上反复过滤。碱化的土壤和全盐量很低的粘重土壤悬浊液, 可用素瓷滤烛抽滤。如不用抽滤, 也可用离心分离, 分离出的溶液也必须清晰透明。

3.1.2 样品硫酸根测定

取 5.0 mL 土壤浸出液，放入 2 cm 口径的小试管中，加入 1: 1 盐酸 2 滴、5 滴 50 g/L 氯化钡溶液，立即混匀，观察混浊情况，并用线条法与硫酸根标准浊液比浊，估测硫酸根的大致含量。据此按表 1 选择适宜的硫酸根测定方法和测定时应取浸出液的体积，以及 EDTA 方法中钡镁混合剂的用量。

表 1 浸出液中 SO_4^{2-} 预测和测定方法的选择及各法的控制条件

等级	加 BaCl_2 后浑浊情况	SO_4^{2-} 浓度 ug/mL	EDTA 法		用比浊法时 浸出液的处理	适用方法
			应取浸出液 体积 mL	钡镁混合剂 用量 mL		
1	几分钟后微浑浊	10~25	25	5	不需处理	比浊法
2	立即显微浑浊	25~50	25	5	不需处理	比浊法和 EDTA 法
3	立即浑浊	50~100	25	5	需稀释	EDTA 法
4	立即有沉淀	100~200	25	10	需稀释	EDTA 法
5	立即有大量沉淀	>200	10	>5	需大量稀释	EDTA 法或质量法

根据预测的结果，吸取 10.00~25.00 mL 浸出液，放入 150 mL 锥形瓶中。(如浸出液取量较少，应用水稀释至约 25 mL)，加入 8 滴 1: 4 盐酸，加热至沸。按表中规定用量，准确加入一定量的钡镁混合剂，记下所加入的毫升数(钡镁混合剂应过量 50%~100%，使硫酸钡沉淀后，溶液中钡离子浓度达 0.0025 mol/L 以上)。继续微沸 5 min，冷却后放置 2 h(或放置过夜)。

在此液中加入 2 mL 氨缓冲液，摇匀，充分摇匀，立即用 EDTA 滴定至电位突跃终点。记录所用 EDTA 标准溶液的毫升数 V_3 。

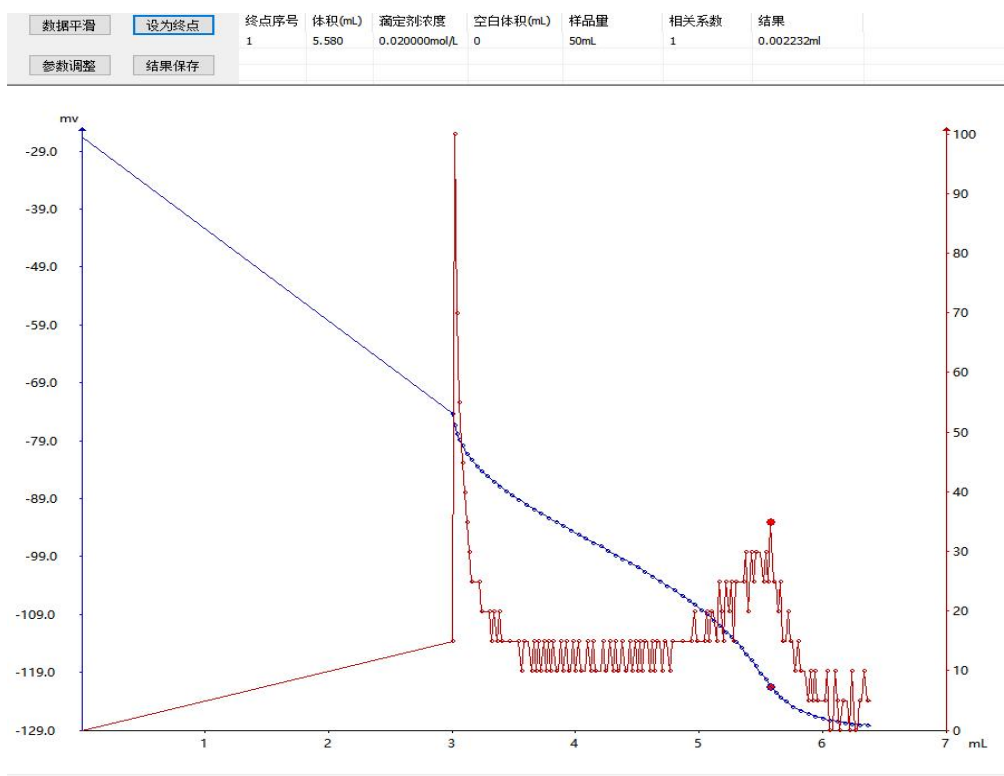
另取约 25 mL 纯水，加 8 滴 1: 4 盐酸和与上述同体积的钡镁混合剂。再加 2 mL 氨缓冲液同样用 EDTA 溶液滴定。记录所用 EDTA 溶液的毫升数 V_4 。

设定滴定仪参数如表 2 所示：

表 2 滴定参数设置

滴定模式：	等量滴定	最小添加体积	0.02mL
电极平衡时间：	4s	预添加体积：	4mL
电极平衡电位：	1mv	预控 mv 值	无
结束体积：	10mL	相关系数：	1
电位突跃量：	500	补液速度：	5
搅拌速度：	7	滴定前平衡电位：	10mv

3、测试图谱示例



四、结果与讨论

4.1、实验结果

实验结果如表 3 所示：

表 3 测试结果

样品	样品序号	样品质量 /g	滴定液浓度 (EDTA) /(mol/L)	滴定体积/mL			SO ₄ ²⁻ 含量 (g/ kg)	平均值
				V ₂	V ₃	V ₄		
土壤	1	50	0.02	1.435	5.340	4.800	0.3437	0.3464
	2			1.431	5.326		0.3475	
	3			1.440	5.334		0.3479	

备注：V₂为测定钙镁含量总量时的消耗 0.02mol/L 的 EDTA 的体积。

4.2、结论

使用电位滴定仪检测土壤中的硫酸根离子是可行的，但是要注意的是，由于钙电极对钡离子响应较小，

所以要加入适当的镁离子提高突越。

参考文献

[1] LY/T 1251-1999 森林土壤水溶性盐分分析[S]