

T960 系列全自动滴定仪测定土壤水解性总酸度

徐泽宇, 周冲, 杜珣天, 姚龙

(海能未来技术集团股份有限公司, 山东 济南 250104)

摘要: 文章采用电位滴定的方法测定土壤水解性总酸度, 试验结果表明: 数据重复性良好, 操作简便, 满足检测需求。

关键词: 土壤;总酸度

水解性总酸度是酸性土壤的总酸度, 它包括活性酸、交换性酸总量和水解酸三部分的总和。水解性总酸度的测定采用 1 mol/L 的乙酸钠 (pH 约为 8.2) 浸提土壤, 它不仅能迅速地交换出交换性氢、铝和活性酸, 同时由于乙酸钠水解产生乙酸和氢氧化钠, 所产生的微量 OH⁻能中和溶液中的 H⁺, 而浸提液中的 Na⁺把土壤胶体上的潜在酸 (交换性酸和水解性酸) 强烈地交换出来, 交换出来的总酸度用氢氧化钠进行标定。

1 基本信息

1.1 样品信息

土壤样品

1.2 测试项目

土壤水解性总酸度的测定

1.3 测试仪器

T960 系列全自动滴定仪、pH 玻璃复合电极

1.4 参考方法

《森林土壤水解性总酸度的测定 (LY/T 1241-1999)》

《土壤干物质和水分的测定 重量法 (HJ 613-2011)》

2 样品测试

2.1 样品前处理

1) 风干土壤样品的制备: 取适量新鲜土壤样品铺在干净的玻璃板上, 避免阳光直射, 在环境温度不超过 40 °C 的条件下自然风干, 去除石头、树枝等杂物, 过 2 mm 样品筛。将 >2mm 的土块粉碎后过 2mm 样品筛, 混匀, 待测。其干物质采用重量法测定。(参考《土壤干物质和水分的测定 重量法 (HJ 613-2011)》)。

2) 浸提剂 (1mol/L 乙酸钠溶液,pH 为 8.2) 的配制: 取 136.1 g 三水合乙酸钠 (分析纯) 或 82.03g 乙酸钠 (分析纯) 溶于水, 稀释至近 1 L, 测量其 pH, 如果不在 8.2, 则用 1mol/L 氢氧化钠或 100g/L 乙酸调节 pH 至 8.2,最后定容至 1 L。

3) 浸提液的制备: 称取 5.0 g 通过 2 mm 筛孔的风干土样, 放在已铺好滤纸的漏斗中, 用 1 mol/L 乙酸钠溶液少量多次地淋洗土壤样品, 滤液承接在 250 ml 容量瓶中, 近刻度时用 1 mol/L 乙酸钠定容。

2.2 测试过程

吸取 2.1.3 所得滤液 50 ml 于样品杯中, 加入 2 滴酚酞指示剂 (手动滴定时显示滴定终点所加, 全自动电位滴定时可以不加), 用 0.02 mol/L 氢氧化钠滴定至溶液呈明显的粉红色, 记下氢氧化钠消耗体积 (V)。用同样的方法做空白实验, 记下氢氧化钠消耗体积 (V₀)。

2.3 仪器参数

滴定模式:	终点滴定	搅拌速度:	6
快滴平衡时间:	4s	快滴平衡电位:	1mV
预搅拌时间:	10s	结束体积:	30mL
慢滴体积:	0.02mL	快滴体积:	0.1mL
慢滴平衡时间:	4s	慢滴平衡电位:	1mV
滴定前平衡电位:	5mV	补液速度:	5
滴定终点 1:	8.5	预控范围 1:	7.5

3 实验结果

水解性总酸度[coml(+)/kg]=

$$\frac{C \times (V - V_0) \times t_s}{m_1 \times K_2 \times 10} \times 1000$$

式中:

V——滴定样品用去氢氧化钠标准溶液体积, mL;

V₀——滴定空白用去氢氧化钠标准溶液体积, mL;

C——氢氧化钠标准溶液的浓度, mol/L;

t_s——分取倍数;

m₁——风干土样质量, g;

K₂——将风干土样换算成烘干样品的水分换算系数;

10——将 mmol 换算成 cmol 的倍数。

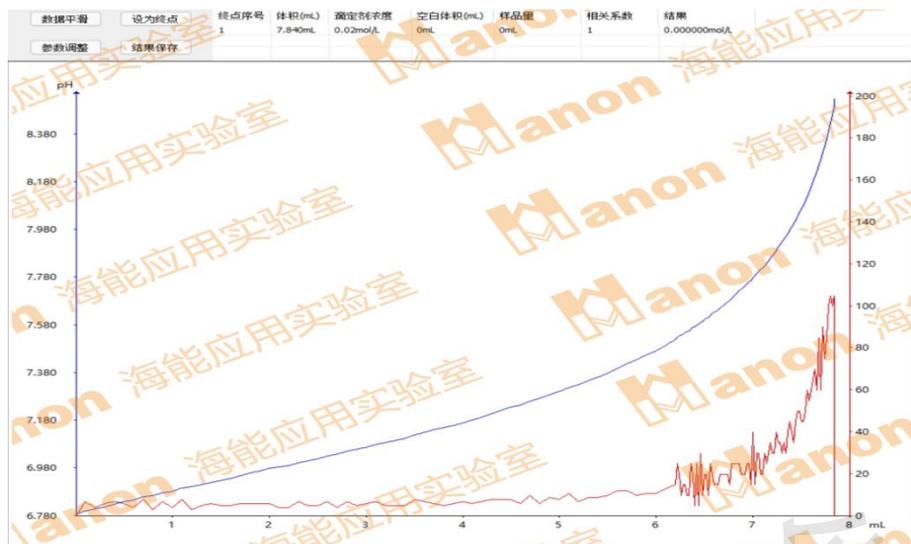
3.1 全自动滴定结果

样品名称	滴定液浓度 (mol/L)	取样质量 (g)	滴定体积 (mL)	总酸度 (cmol/kg)	平均值 (cmol/kg)	RSD (%)
空白		0	0.120	/	/	/
			7.840			
		5.1022		15.3908		
土壤样品	0.02012	5.0349	7.720	15.3541		
		5.0765	7.720	15.2283	15.3418	0.3735
		5.0486	7.740	15.3527		
		5.0331	7.720	15.3596		
		5.0975	7.820	15.3651		

3.2 手动滴定结果

样品名称	滴定液浓度 (mol/L)	取样质量 (g)	滴定体积 (mL)	总酸度 (cmol/kg)	平均值 (cmol/kg)	RSD(%)
空白		0	0.13	/	/	/
土壤样品		5.1022	7.78	15.2513		
		5.0349	7.80	15.4955	15.3384	0.8890
(实	0.02012	5.0765	7.75	15.2684		
空白		0	0.15	/	/	/
土壤		5.0487	7.75	15.3527		
样品		5.0331	7.81	15.5213	15.4130	0.6070
(实		5.0875	7.83	15.3651		

3.3 图谱



4 实验小结

本次实验能够说明土壤水解性总酸度的测定用全自动滴定仪是可行的,手动滴定与使用全自动滴定仪所得结果相符。并且使用全自动滴定仪可以实时测定溶液的 pH 且不需要指示剂辅助观察,准确度优于手工滴定,但每次滴定的时间远长于手工滴定。后续的实验会进一步优化仪器的参数,寻找更准确快捷的方法和仪器参数。