

土壤水溶性碳酸根和重碳酸根的测定

徐泽宇, 周冲, 杜珺天, 姚龙

(海能未来技术集团股份有限公司, 山东 济南 250104)

摘要: 文章采用滴定的方法测定土壤碳酸根和碳酸氢根, 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;碳酸根;碳酸氢根

浸出液中同时存在的碳酸根和碳酸氢根, 可用标准酸分步滴定。第一步在待测溶液中加入酚酞指示剂, 用标准酸滴定至溶液由红色变为不明显的浅红色终点, 此时中和了碳酸根的一半量。再加入甲基橙指示剂, 继续用标准酸滴定至溶液由黄色变为橙红色终点, 此时溶液中的碳酸根和碳酸氢根全部被中和。由标准酸的两步用量分别求出碳酸根及碳酸氢根含量。滴定时如果使用硫酸作为标准酸的话, 滴定后的溶液可以继续测定氯根。

1 基本信息

1.1 样品信息

土壤样品

1.2 测试项目

土壤水溶性碳酸根和重碳酸根的测定

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

《森林土壤水溶性盐分分析 (LY/T 1251-1999)》

2 样品测试

2.1 样品前处理

风干土壤的制备: 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 >2 mm 的土块粉碎后过 2 mm 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)》)。

浸出液的制备: 称取通过 2 mm 筛孔的风干土样 25 g, 放入 250 mL 干燥的锥形瓶中,

用量筒准确加入无二氧化碳的纯水 250 mL，加塞，振荡 3min。根据土壤悬浊液是否容易滤清的情况进行过滤。容易滤清的悬浊液：用滤纸在 7 cm 直径漏斗上过滤，或用玻璃漏斗抽滤，滤斗上用表面皿盖好，以减少蒸发。最初的滤液呈混浊状，必须重复至滤液清亮为止。

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。也可以使用离心分离，分离出来的溶液必须清晰透明。

硫酸标准溶液（0.02 mol/L）的配制：1.40mL 浓硫酸（密度 1.84 g/mL）加入到 500 mL 去二氧化碳的纯水中，用碳酸钠标定其浓度（约为 0.1 mol/L），然后将此溶液准确稀释 5 倍成 0.02 mol/L 硫酸标准溶液（如水质不纯，需要标定）。

甲基橙指示剂（1 g/L）的配制：0.1 g 甲基橙溶于 100mL 水中。

酚酞指示剂（10 g/L）的配制：1 g 酚酞溶于 100mL 无水乙醇中。

2.2 测试过程

用移液管吸取浸出液 50.00 mL 加入样品杯中，加入 1 滴酚酞指示剂。如溶液不现粉红色，表示无碳酸根存在，应继续测定碳酸氢根；如现红色，则用 10 mL 滴定管加入硫酸标准溶液，直至粉色不是很明显。记录硫酸标准溶液所用体积 V_1 。再向溶液中加入 2 滴甲基橙指示剂，继续用硫酸标准溶液滴定至溶液刚由黄色突变为橙红色为止。记录此段硫酸标准溶液滴定所用体积 V_2 。

2.3 仪器参数

滴定模式：	终点滴定	搅拌速度：	5
快滴平衡时间：	4s	快滴平衡电位：	1mV
预搅拌时间：	5s	结束体积：	20mL
慢滴体积：	0.02mL	快滴体积：	0.1mL
慢滴平衡时间：	5s	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：	8.9	预控范围 1：	10.0
滴定终点 2：	4.8	预控范围 2：	5.8

3 实验结果

3.1 数据处理

$$\text{土壤 CO}_3^{2-}\text{含量}[\text{cmol}(\frac{1}{2}\text{CO}_3^{2-}/\text{kg})] = \frac{2V_1 \times C}{m \times 10} \times 1000$$

$$\text{土壤 CO}_3^{2-}\text{含量}(\text{g}/\text{kg}) = \text{土壤 CO}_3^{2-}\text{含量}[\text{cmol}(\frac{1}{2}\text{CO}_3^{2-}/\text{kg})] \times 0.0300 \times 10$$

$$\text{土壤 HCO}_3^{-}\text{含量}[\text{cmol}(\text{HCO}_3^{-}/\text{kg})] = \frac{(V_2 - V_1) \times C}{m \times 10} \times 1000$$

$$\text{土壤 HCO}_3^{-}\text{含量}(\text{g}/\text{kg}) = \text{土壤 HCO}_3^{-}\text{含量}[\text{cmol}(\text{HCO}_3^{-}/\text{kg})] \times 0.0610 \times 10$$

式中：

c—— $\frac{1}{2}$ 硫酸标准溶液的浓度，mol/L；

m——相当于分析时所取浸出液体积的干土质量，g

0.3000—— $\frac{1}{2}$ 碳酸根的摩尔质量，kg/mol

0.0610——重碳酸根的摩尔质量，kg/mol

全自动滴定结果

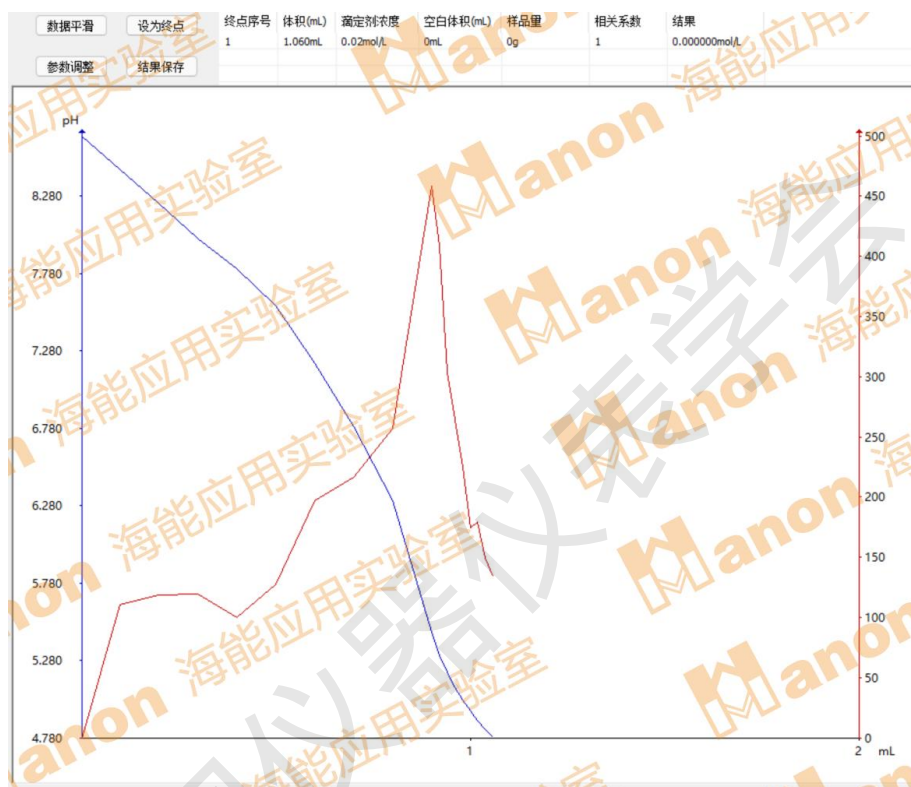
样品	滴定液浓度	取样质量	滴定体积	含量	平均值	RSD
土壤 样品	0.02006	25.0174	1.080	0.4369	0.4289	1.6769
		25.0098	1.040	0.4209		
		25.0122	1.080	0.4370		
		25.0079	1.040	0.4209		
		25.0101	1.060	0.4290		
		25.0097	1.060	0.4290		

手动滴定结果

样品名称	滴定液浓度	取样质量	滴定体积	含量	平均值	RSD
土壤样 (实验员 1)	0.02006	25.0174	1.12	0.4531	0.4667	3.0542
		25.0098	1.15	0.4654		
		25.0122	1.19	0.4815		

土壤样	25.0079	1.17	0.4735		
(实验员 2)	25.0101	1.20	0.4856	0.4681	4.4367
	25.0097	1.10	0.4452		

3.2 图谱



4 实验小结

本次实验所采集的土壤样品中不包含碳酸根离子,在后续的实验中会进一步进行实验验证。实验所进行的手工滴定与全自动滴定结果相符,证实了 T960 全自动系列仪器可用于相关的实验。本实验所使用的 T960 全自动系列仪器虽然滴定时间稍长于手工滴定,但有效的避免了甲基橙指示剂变色不明显所造成的实验误差,后续实验也会进一步优化实验方法和仪器参数。

5 注意事项

- 1) 碳酸根和重碳酸根的测定必须在过滤后立即进行,不宜放置过夜以减少空气中二氧化碳对实验结果产生的影响。
- 2) 滴定过程和实验所使用的试剂应尽可能地避免空气中二氧化碳对实验结果产生影响。(采

用样品杯加盖、纯水煮沸去二氧化碳等操作)

中国仪器仪表学会