

土壤水溶性氯根的测定

徐泽宇, 周冲, 杜珂天, 姚龙

(海能未来技术集团股份有限公司, 山东 250104)

摘要: 文章采用滴定的方法测定土壤水溶性氯根, 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: 土壤氯根

本实验根据分别沉淀的原理, 用硝酸银 (AgNO_3) 标准溶液滴定氯离子 (Cl^-), 以铬酸钾 (K_2CrO_4) 为指示剂。等当点前生成白色沉淀氯化银 (AgCl), 等当点后开始生成砖红色沉淀铬酸银 (Ag_2CrO_4), 由所消耗的硝酸银标准溶液的量, 求得土壤中氯根 (Cl^-) 的含量。

1 基本信息

1.1 样品信息

土壤样品

1.2 测试项目

土壤中水溶性氯根的测定

1.3 测试仪器

T960 系列全自动滴定仪、银复合电极

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

1) 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 $>2\text{ mm}$ 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)》)。

2) 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 3 min 。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, 漏斗上用表面皿盖好, 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。

3) 0.02 mol/L 硝酸银标准溶液：3.40 g 硝酸银 (AgNO₃，分析纯) 溶于水，转入 1 L 容量瓶中，

稀释至刻度。保存于棕色瓶中，可用氯化钠标定其浓度。

4) 0.02 mol/L 碳酸氢钠溶液：1.7 g 碳酸氢钠 (NaHCO₃) 溶于水，稀释至 1 L。

5) 50 g/L 铬酸钾 (K₂CrO₄) 指示剂：5 g 铬酸钾溶于水，逐滴加入硝酸银标准溶液至刚有砖红色沉淀产生，放置过夜后，过滤，稀释至 100 mL。

2.2 测试过程

向上述滴定过碳酸根和重碳酸根的土壤浸出液（未处理过的土壤浸出液可以参考上文，用硫酸溶液去除溶液中的碳酸根和重碳酸根离子）中逐滴加入 0.02 mol/L 碳酸氢钠溶液至溶液刚变为黄色，加 50 g/L 铬酸钾指示剂 5 滴，用 0.02 mol/L 硝酸银标准溶液滴定，直至生成的砖红色沉淀不再消失为止。记录硝酸银消耗的体积 (V)。

2.3 仪器参数

滴定模式：	动态滴定	搅拌速度：	5
电极平衡时间：	5s	预搅拌时间：	8s
电极平衡电位：	1mV	滴定速度：	慢
最小添加体积：	0.02mL	预滴定添加体积：	0mL
结束体积：	10mL	预滴定搅拌时间：	5s
滴定前平衡电位：	5mV	补液速度：	5
电位突跃量：	200	预控 mV 值：	无

3 实验结果

3.1 实验数据处理

$$\text{土壤 Cl}^- \text{含量}[\text{cmol}(\text{Cl}^-)/\text{kg}] = \frac{V \times c}{m \times 10} \times 1000$$

$$\text{土壤 Cl}^- \text{含量}(\text{g}/\text{Kg}) = \text{土壤 Cl}^- \text{含量}[\text{cmol}(\text{Cl}^-)/\text{kg}] \times 0.0355 \times 10$$

式中：

c——硝酸银标准溶液浓度，mol/L；

V——滴定用硝酸银溶液体积，mL；

m——相当于分析时所取浸出液体积的干土质量，g；

0.0355——氯根的摩尔质量，kg/mol。

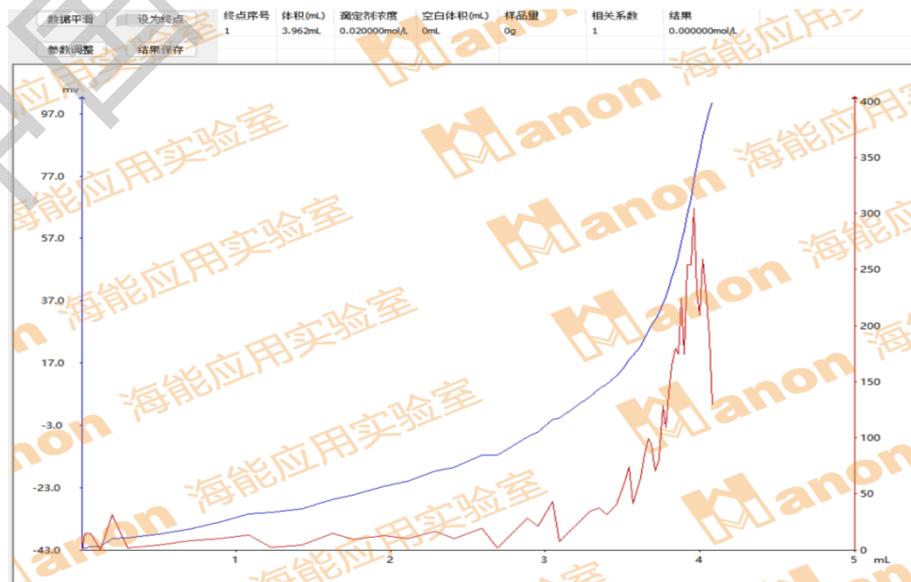
全自动滴定结果

样品名称	滴定液浓度 mol/L	取样质量 g	滴定体积 mL	氯根含量 cmol/kg	平均值 cmol/kg	RSD %
土壤 样品	0.01987	25.0174	3.922	1.5717	1.5847	0.582
		25.0098	3.962	1.5882		
		25.0122	3.971	1.5916		
		25.0079	3.941	1.5799		
		25.0101	3.942	1.5801		
		25.0097	3.984	1.5970		

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	氯根含量 cmol/kg	平均值 cmol/kg	RSD %
土壤样品 (实验员 1)	0.01987	25.0174	4.05	1.6230	1.6166	1.1628
		25.0098	3.98	1.5954		
		25.0122	4.07	1.6313		
土壤样品 (实验员 2)	0.01987	25.0079	4.05	1.6236	1.6208	0.9994
		25.0101	4.08	1.6355		
		25.0097	4.00	1.6034		

3.2 图谱



4 实验小结

本次实验采用手动滴定和全自动电位滴定对土壤水溶性氯根进行了测定,手动滴定结果比全自动滴定结果偏高,主要在于溶液加入指示剂后呈黄色,滴定剂需要稍过量才能观察到明显的颜色变色。因此,在水溶性氯根的测定实验中,全自动滴定在准确性和重复性上优于手工滴定,后续会进一步实验证实这一结论。

5 注意事项

硝酸银滴定法测定氯根时,溶液的 pH 应在 6.5~10.5 之间。铬酸银溶于酸,故溶液 pH 不能低于 6.5,若溶液 pH 大于 10,则会生成氧化银黑色沉淀。所以在滴定前,需先去除溶液中的碳酸根和重碳酸根,再用碳酸氢钠溶液调节溶液 pH 至 7 左右。

中国仪器仪表教学网