

氯化钡浸提法测定土壤可交换酸度

童桂凤, 谢继征, 高娟

(扬州市环境监测中心站, 江苏 扬州 225007)

摘要: 建立了氯化钡浸提测定酸性土壤可交换酸度的方法, 优化了水土比、土壤粒度、浸提液质量浓度、浸提次数、震荡时间等试验参数。方法检出限为 0.016 cmol/kg 。经重复性和再现性检验表明精密度良好。该方法可同时用于土壤可交换性氢和可交换性铝的测定。

关键词: 可交换酸度; 氯化钡; 浸提; 土壤

中图分类号: O655.22 文献标识码: B 文章编号: 1006-2009(2008)02-0041-03

Determination of Exchangeable Acidity Soil by Barium Chloride Immersed Extraction

TONG Gui-feng XIE Ji-zheng GAO Juan

(Yangzhou Environmental Monitoring Central Station, Yangzhou, Jiangsu 225007, China)

Abstract The method was established for testing soil exchangeable acidity by immersed extraction with barium chloride solution. The parameters were optimized such as ratio of water and soil, particle diameter, concentration of extraction liquid, extraction times, vibration time. The detective limit was 0.016 cmol/kg . The precision was good with tests of explicability and reproducibility. The method can be used to measure exchangeable hydrogen and exchangeable aluminum in soil.

Key words Exchangeable acidity; Barium chloride; Immersed extraction; Soil

土壤是一个复杂的体系, 其中存在着各种化学和生物化学反应, 使土壤表现出不同的酸性和碱性。我国土壤的 pH 值一般为 4~9, 在地理分布上由北向南 pH 值逐渐降低, 大致以长江为界^[1], 酸性土壤大多分布在长江以南。目前国内土壤可交换酸度还没有统一的测定方法^[2], 今采用氯化钡浸提法^[3-4]测定酸性土壤可交换酸度, 结果令人满意。

1 试验

1.1 试验原理

用一定浓度的氯化钡溶液浸提酸性土壤, 与土壤胶体发生交换作用, 胶体表面的氢离子或铝离子被浸提剂的阳离子交换。取部分浸提液用氟化钠隐蔽铝离子后测定可交换性氢, 另取部分浸提液测定可交换性铝^[5-6]。

1.2 主要仪器与试剂

HHS-3C 型 pH 计, 上海精密科学仪器有限公司;

78-1 型磁力搅拌器, 苏州威尔实验用品有限公司; HY-4 型调速多用震荡器, 苏州威尔实验用品有限公司; TDL-40B 型离心机, 湖南星科科学仪器有限公司; AG 104 型电子天平, 瑞士梅特勒公司; 722 型可见分光光度计, 上海第三分析仪器厂; PE 3110 型火焰原子吸收光谱仪, 美国 PE 公司 (有条件的单位可选用电感耦合等离子体发射光谱仪); 土壤筛 (孔径 2 mm)。

21.0 g/L 氯化钡溶液; 3.5 g/L 氯化钠溶液; 0.8 g/L 氢氧化钠溶液; 酚酞指示剂。

1.3 样品制备

采集酸性土壤, 风干后过 2 mm 分样筛待测。

1.4 样品测定

1.4.1 样品浸提

收稿日期: 2007-04-16 修订日期: 2008-01-05

作者简介: 童桂凤 (1971-), 女, 江苏泰州人, 高级工程师, 学士, 从事环境监测管理工作。

取 2.5 g 风干土样 (粒径 ≤ 2 mm), 置于具软木塞的 50 mL 聚乙烯离心管中, 加入 30 mL 21.0 g/L 氯化钡溶液震荡 2 h, 转速约 4 000 r/min 时平衡离心 10 min 后, 将上清液移入 100 mL 容量瓶中。其后重复浸提 2 次, 分别浸提 1 h 和 0.5 h 合并浸提液, 用氯化钡溶液定容至 100 mL。

1.4.2 可交换酸度测定

移取 40 mL 氯化钡浸提液置于 100 mL 烧杯中, 加入磁力搅拌子, 插入电极, 用氢氧化钠溶液滴定至 pH 值为 7.8 (稳定 30 s)。也可以酚酞为指示剂, 滴定至溶液颜色刚变为粉红色且粉红色不消失为止 (等待 30 s 不变色)。

1.4.3 可交换性氢测定

移取 40 mL 氯化钡浸提液, 加入适量氟化钠溶液, 用氢氧化钠溶液滴定至 pH 值为 7.8。也可以酚酞为指示剂, 滴定至溶液颜色刚变为粉红色且粉红色不消失为止 (等待 30 s 不变色)。

1.4.4 可交换性铝测定

可以采用间接火焰原子吸收法、电感耦合等离子体发射光谱法或铬天青 S 分光光度法测定。空白试验与样品测定同步进行, 分别记取氢氧化钠溶液消耗体积。

2 结果与讨论

2.1 浸提条件优化

2.1.1 最佳水土比

土壤样品分别采自江西余江、浙江泾县和普陀山。取这 3 种风干土壤按不同水土比测定, 结果表明, 水土比为 25~60 时, 测定结果相对稳定; 水土比 > 60 后, 随着水土比的加大, 数据很不稳定, 误差增大, 测定结果的可信度降低。根据试验结果, 同时参照国内外相关资料, 选择土壤水土比为 40 即取风干土壤 2.5 g 浸提数次后定容至 100 mL。不同水土比情况下可交换酸度比较见图 1。

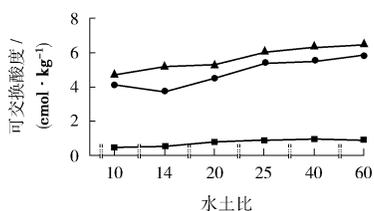


图 1 不同水土比情况下可交换酸度比较

2.1.2 土壤粒度优选

测定不同目数土壤的可交换酸度, 结果表明, 土壤目数为 8~60 时, 数据相对稳定。该试验选择用 2 mm 分样筛处理土壤样品。不同目数土壤可交换酸度比较见图 2。

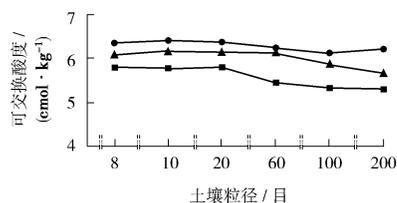


图 2 不同目数土壤可交换酸度比较

2.1.3 最佳浸提液质量浓度

试验了不同质量浓度浸提液对测定的影响, 结果表明, 浸提液质量浓度 > 10 g/L 后, 数据相差不太明显。综合考虑测定成本, 该试验选择浸提液质量浓度为 21.0 g/L。不同质量浓度浸提液测定结果比较见图 3。

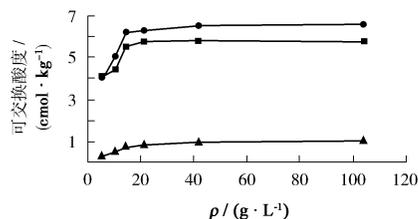


图 3 不同质量浓度浸提液测定结果比较

2.1.4 浸提次数优选

将试验样品分 6 次浸提, 每次震荡 2 h 离心 10 min。统计表明, 第一次浸提结果占总量的 65.5%, 第二次浸提结果占总量的 13.9%, 浸提 3 次后土壤中可交换酸量已经很少。该试验选择样品浸提次数为 3 次。6 次浸提试验结果见图 4。

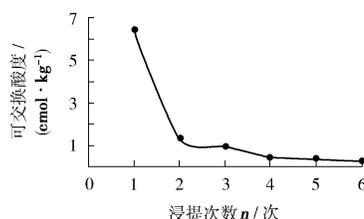


图 4 6 次浸提试验结果

2.1.5 震荡时间优选

将土壤样品分成两份, 震荡 3 次后离心, 一份样品 3 次震荡的时间均为 2 h, 另一份样品 3 次震荡的时间分别为 2 h, 1 h, 0.5 h, 两份样品均平行测定 5 次, 经检验, 结果间无显著差异。该试验选择样品 3 次震荡的时间分别为 2 h, 1 h, 0.5 h。

2.2 检出限

根据所用滴定管产生的最小液滴体积, 综合考

虑滴定液质量浓度和取样体积, 计算得到该方法检出限为 0.016 mol/kg 。

2.3 精密度试验

2.3.1 重复性检验

在同一实验室, 分析仪器和分析时间相同情况下, 由同一人员用同一分析方法分 5 次对相同样品测定 6 次, 检验测定值之间的符合程度, 结果见表 1。

表 1 重复性检验结果 ($m = 5, n = 6$)

序号	测定值 / ($\text{mol} \cdot \text{kg}^{-1}$)					平均值 / ($\text{mol} \cdot \text{kg}^{-1}$)		s_i	s_i^2	RSD / %	s_r
1	6.23	6.35	6.49	6.31	6.45	6.38	6.37	0.0861	0.0074	1.4	0.11
2	6.12	6.34	6.45	6.21	6.33	6.28	6.29	0.1041	0.0108	1.7	
3	6.54	6.23	6.25	6.31	6.43	6.32	6.35	0.1075	0.0116	1.7	
4	6.23	6.55	6.45	6.38	6.54	6.44	6.43	0.1076	0.0116	1.7	
5	6.28	6.55	6.35	6.21	6.21	6.29	6.32	0.1256	0.0158	2.0	
平均值 / ($\text{mol} \cdot \text{kg}^{-1}$)	6.28	6.40	6.40	6.28	6.39	6.34	6.35	0.1062			

2.3.2 再现性检验

在同一实验室, 分析仪器和分析时间相同情况下, 由不同人员用同一分析方法分 5 次对相同样品

测定 6 次, 检验测定值之间的符合程度, 结果见表 2。

表 2 再现性检验结果 ($m = 5, n = 6$)

序号	测定值 / ($\text{mol} \cdot \text{kg}^{-1}$)					平均值 / ($\text{mol} \cdot \text{kg}^{-1}$)		s_i	s_i^2	RSD / %	s_r
1	6.35	6.41	6.49	6.31	6.28	6.38	6.37	0.0686	0.0047	1.1	1.52
2	5.65	5.78	5.79	5.66	5.68	5.63	5.70	0.0631	0.0040	1.1	
3	6.11	6.23	6.19	6.31	6.16	6.26	6.21	0.0656	0.0043	1.1	
4	6.23	6.45	6.36	6.35	6.54	6.49	6.40	0.1026	0.0105	1.6	
5	6.43	6.18	6.35	6.21	6.19	6.29	6.28	0.0916	0.0084	1.5	
平均值 / ($\text{mol} \cdot \text{kg}^{-1}$)	6.15	6.21	6.24	6.17	6.17	6.21	6.19	0.0783			

3 结论

采用氯化钡浸提法测定土壤可交换酸度, 浸提效果好, 精密度高, 方法准确, 适合酸性土壤可交换酸度的测定。

[参考文献]

- [1] 于天任. 土壤分析化学 [M]. 北京: 科学出版社, 1988
 [2] 李国刚. 中国土壤环境监测的现状、问题与对策 (续) [J]. 环

境监测管理与技术, 2005, 17(2): 9-13.

- [3] ISO 14254: 2001 Soil quality—Determination of exchangeable acidity in barium chloride extracts [S].
 [4] ISO 11260: 1994 Soil quality—Determination of effective cation exchange capacity and base saturation level using barium chloride solution [S].
 [5] 戴树桂. 环境化学 [M]. 北京: 高等教育出版社, 1995
 [6] 张辉. 土壤环境学 [M]. 北京: 化学工业出版社, 2006