

土壤交换性酸的测定

氯化钾交换——中和滴定法

1 方法提要:

用 $1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 氯化钾溶液淋洗土壤时, 土壤永久负电荷引起的酸度(无机胶体吸附的 H^+ 和 Al^{3+}) 被 K^+ 交换进入溶液, 用氢氧化钠标准溶液直接滴定浸出液所得结果为交换性酸总量。另取一份浸出液, 加入足量的氟化钠溶液, 使 Al^{3+} 形成络离子, 防止其水解, 再用氢氧化钠标准溶液滴定, 所得结果为交换性 H^+ , 两者之差为交换性 Al^{3+} 。

2 适用范围:

本方法适用于酸性土壤交换性酸的测定。

3 主要仪器设备:

半微量碱式滴定管: 10mL。

4 试剂:

4.1 氯化钾溶液 [$c(\text{KCl}) = 1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$]: 称取 74.6g 氯化钾溶于 800mL 水中, 用稀氢氧化钾和稀盐酸调节溶液 pH 为 5.5~6.0, 稀释至 1L;

4.2 氟化钠溶液 [$\rho(\text{NaF}) = 35 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$]: 称取氟化钠 3.5g 溶于 80mL 无 CO_2 水中, 以酚酞为指示剂, 用稀氢氧化钠溶液或稀盐酸溶液调节到微红色 (pH8.3), 再稀释至 100mL, 存于聚乙烯瓶;

4.3 氢氧化钠标准溶液 [$c(\text{NaOH}) = 0.02 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$]: 称取 NaOH 约 0.8g, 溶于 1000mL 无 CO_2 水中, 用邻苯二甲酸氢钾标定浓度;

4.4 酚酞指示剂 ($5 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$): 称取 0.5g 酚酞溶于 95%乙醇并以其稀释至 100mL;

4.5 盐酸溶液 (1: 3): 1 份盐酸与 3 份水混合;

4.6 硫氰化钾水溶液 [$\rho(\text{KSCN}) = 10 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$]: 称取 1g 硫氰化钾溶于 100mL 水中。

5 分析步骤

称取过 2mm 孔径筛的风干试样 5.00g 放在已铺好滤纸的漏斗内, 用 $1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 氯化钾溶液少量多次地淋洗, 滤液承接在 250mL 容量瓶中, 至近刻度, 用 $1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 氯化钾溶液

定容。

吸取滤液 100mL 于 250mL 三角瓶中，煮沸 5min，赶走 CO₂，加入酚酞批示剂 5 滴，趁热用 0.02 mol · L⁻¹ 氢氧化钠标准溶液滴定至微红色。记下氢氧化钠用量 (V₁)。

另取一份 100mL 滤液于 250mL 三角瓶中，煮沸 5min，趁热加入约 1mL 氟化钠溶液，冷却后加入酚酞指示剂 5 滴，用 0.02 mol · L⁻¹ 氢氧化钠标准溶液滴定至微红色。记下氢氧化钠用量 (V₂)。

同上步骤做空白试验，分别记下氢氧化钠用量 (V₀ 和 V₀')。

滤液中有较多的 Fe³⁺时会使结果偏高。检查 Fe³⁺的方法是：取少量滤液于白磁板上，加 1 滴 1: 3 盐酸酸化，再加 1 滴 10g · L⁻¹ 的硫氰化钾溶液，如呈明显红色，说明 Fe³⁺含量高，应用比色法测定铁后，从交换性酸结果中扣除。

6 计算结果

$$\text{交换性酸总量: } \text{cmol}(\text{H}^+ + \frac{1}{3} \text{Al}^{3+}) \cdot \text{kg}^{-1} = \frac{c \cdot (V_1 - V_0) \cdot D}{m \times 10} \times 1000$$

$$\text{交换性氢 (H}^+), \text{cmol}(\text{H}^+) \cdot \text{kg}^{-1} = \frac{c \cdot (V_2 - V_0') \cdot D}{m \times 10} \times 1000$$

$$\text{交换性铝 (Al}^{3+}), \text{cmol}(\frac{1}{3} \text{Al}^{3+}) \cdot \text{kg}^{-1} = \text{交换性酸总量} - \text{交换性氢量}$$

式中：

c—氢氧化钠标准溶液浓度，mol · L⁻¹；

m—风干试样质量，g；

D—分取倍数，250/100=2.5

平行测定结果用算术平均值表示，保留小数点后二位。

7 精密度

平行测定结果允许绝对相差 ≤ 0.05cmol · kg⁻¹。

8 注释

1) 淋洗样品时应从滤纸上缘开始，少量多次，每次加入氯化钾溶液必须待漏斗中的溶液滤干或接近滤干时再加。淋洗时间不宜过长，洗至近 250mL 即可。若淋洗体积过大或时间过长，有可能把部分水解酸洗出。

2) 氟化钠的用量不是固定的，应根据计算决定：

$$\text{NaF 溶液加入量, mL} = \frac{V_1 \cdot c \times 6}{0.83 \times 3}$$

式中：

V_1 —滴定交换性酸总量时所耗氢氧化钠标准溶液体积，mL；

c —氢氧化钠标准溶液的浓度， $\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ ；

0.83—氟化钠溶液相应的摩尔浓度， $\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ ；

3— Al^{3+} 的摩尔数与 $\frac{1}{3} \text{Al}^{3+}$ 摩尔数的因数；

6— $[\text{AlF}_6]^{3-}$ 络离子中 Al 与 F 的比。

NoveBio