

# 土壤水溶性盐分析

张连第 方建安 (南京传滴滴仪器设备有限公司)

受中科院东北地理研究所的委托, 对所提供的土壤水浸出液样品 (有色溶液, 水土比为 5: 1) 用 FJA-2 型微机控制自动滴定系统进行  $\text{Ca}^{2+}$ 、 $\text{Mg}^{2+}$ 、 $\text{CO}_3^{2-}$ 、 $\text{HCO}_3^-$ 、 $\text{SO}_4^{2-}$ 、 $\text{Cl}^-$  滴定。

## 一、具体方法与测定结果

### 1、 $\text{Ca}^{2+}$ 测定:

吸取浸出液 50ml 于 100ml 烧杯中, 加入 1 + 1 盐酸 10 滴进行酸化, 再加入饱和氢氧化钠 10 滴, 以钙电极为指示电极, 银-氯化银电极为参比电极。在 FJA-2 型微机控制自动滴定系统上用 EDTA 标准溶液 [  $C(\text{EDTA}) = 0.00892\text{mol/L}$  ] 进行自动滴定, 滴定体积为 3.261ml。

滴定曲线如图所示。

### 2、Ca、Mg 测定:

另吸取 50ml 浸出液 50ml 于 100ml 烧杯中, 加入 1 + 1 盐酸 10 滴进行酸化, 再加入 pH10 缓冲溶液 3 ml, 以钙电极为指示电极, 银氯化银电极为参比电极。用 EDTA 标准溶液 [  $C(\text{EDTA}) = 0.00892\text{mol/L}$  ] 进行自动滴定, 滴定体积为 3.869ml。滴定曲线如图所示。

计算

Ca、Mg 滴定出现两个终点取第二个终点为 Ca、Mg 终点

$$1/2\text{Ca}^{2+}\text{cmol/Kg} = 0.00892 \times 3.261 \times 2 \times 1000 / (10 \times 10) = 0.5818$$

$$\text{Ca} \% = 0.5818 \times 0.02 = 0.0116$$

$$1/2\text{Mg}^{2+}\text{cmol/Kg} = 0.00092$$

$$\times (3.869 - 3.261) \times 2 \times 1000 / (10 \times 10) = 0.01085$$

$$\text{Mg} \% = 0.01085 \times 0.012 = 0.0013$$

### 3、 $\text{CO}_3^{2-}$ 、 $\text{HCO}_3^-$ 测定:

吸取浸出液 20ml 于 100ml 烧杯中, 插入 pH 复合电极用盐酸标准溶液

[  $C(\text{HCL}) = 0.02206\text{mol/L}$  ] 为滴定剂滴定, 滴定体积  $V_1 = 6.725\text{ml}$ ,  $V_2 = 19.754\text{ml}$ 。滴定曲线如图所示。

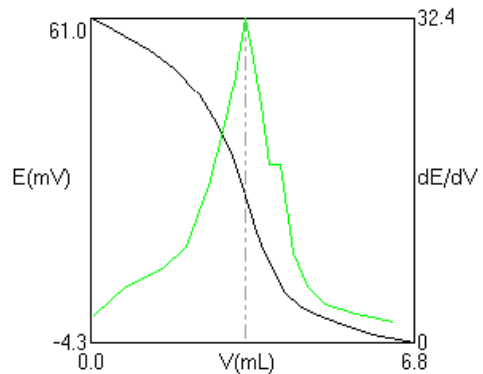
计算

$$1/2\text{CO}_3^{2-}\text{cmol/Kg} = 0.02206 \times 6.725 \times 2 \times 1000 / (4 \times 10) = 7.4177$$

$$\text{CO}_3^{2-} \% = 7.4177 \times 0.03 = 0.2225$$

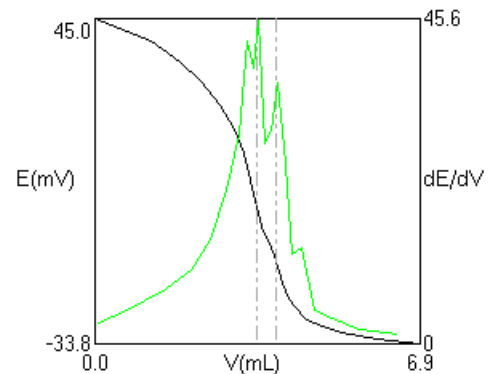
$$\text{HCO}_3^-\text{cmol/Kg} = 0.02206 \times (19.754 - 6.725 \times 2) \times$$

样品-地理所Ca--滴定及其导数曲线



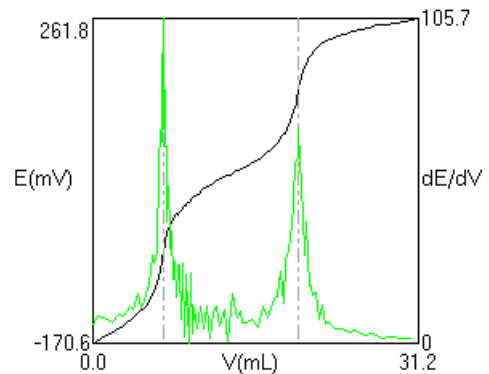
终点1 体积: 3.261mL 电位: 25.0mV  
浓度:  $5.817 \times 10^{-4}\text{mol/L}$   
日期: 2009年5月21日9时11分

样品-地理CaMa--滴定及其导数曲线



终点1 体积: 3.456mL 电位: -0.3mV  
浓度:  $6.166 \times 10^{-4}\text{mol/L}$   
终点2 体积: 3.869mL 电位: -14.5mV  
浓度:  $7.363 \times 10^{-5}\text{mol/L}$   
日期: 2009年5月21日9时15分

样品-地理CO3--滴定及其导数曲线



终点1 体积: 6.725mL 电位: -54.1mV  
浓度:  $7.417 \times 10^{-3}\text{mol/L}$   
终点2 体积: 19.754mL 电位: 166.3mV  
浓度:  $0.01437\text{mol/L}$   
日期: 2009年5月21日10时4分

$$1000/(4 \times 10) = 3.4767$$

$$\text{HCO}_3^- \% = 3.4767 \times 0.061 = 0.2121$$

#### 4、SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>测定:

吸取浸出液 10ml 于 100ml 烧杯中, 用 HCl 将 pH 必须调在 PH3-4 范围内, 加无水乙醇 40 ml 以铅电极为指示电极, 银氯化银电极为参比电极, 用硝酸铅标准溶液 [ C(Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>) = 0.01643mol/L ] 为滴定剂进行自动滴定, 体积为 1.480ml。滴定曲线如图所示。

计算

$$\frac{1}{2} \text{SO}_4^{2-} \text{ cmol/Kg} = 0.01643 \times 1.480 \times 2 \times 1000 / (2 \times 10) = 2.4316$$

$$\text{SO}_4^{2-} \% = 2.4316 \times 0.048 = 0.1167$$

由于原浸提液 PH 过高 (pH10.09) CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>、HCO<sub>3</sub><sup>-</sup> 有影响, 必要将 pH 调在 PH3-4 范围内。

#### 5、Cl<sup>-</sup>测定:

吸取浸出液 20ml 于 100ml 烧杯中, 加 1+1 硝酸 10 滴酸化, 用氯电极为指示电极, 双液接银氯化银电极为参比电极, 用硝酸银标准溶液 [ C(AgNO<sub>3</sub>) = 0.02152mol/L ] 为滴定剂自动滴定, 耗用滴定剂体积为 1.628ml。滴定曲线如图所示。

计算

$$\text{Cl}^- \text{ cmol/Kg} = 0.02152 \times 1.628 \times 1000 / (4 \times 10) = 0.8759$$

$$\text{Cl}^- \% = 0.8759 \times 0.03545 = 0.0310$$

6、浸出液 pH 值: 10.09。

7、浸出液电导率: 2.29ms/cm•25℃。

二、几种滴定剂配制:

1、0.01mol/L EDTA 标准溶: 称取 3.72g 乙二胺四乙酸二钠盐溶于 1 升无二氧化碳水中, 用钙标准液在自动滴定系统上标定。

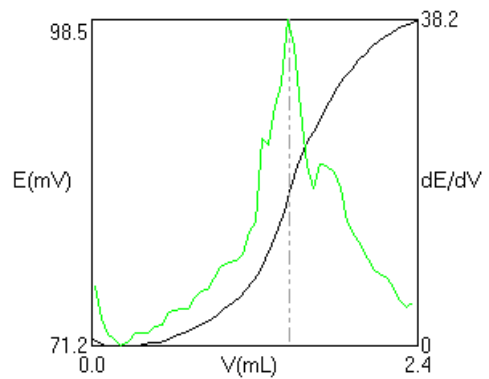
2、0.02mol/L 盐酸标准溶液: 1.7ml 浓盐酸 (HCl, ρ=1.19g/ml) 稀释至 1 升, 用无水碳酸钠标准溶液在自动滴定系统上标定。

3、0.01mol/L 硝酸铅标准溶液: 称取 3.31g 硝酸铅, 溶于 1 升水中, 用硫酸钠标准溶液在自动滴定系统上标定。

3、0.02mol/L 硝酸银标准溶液: 称取 3.40g 硝酸银, 溶于 1 升水中, 用氯化钠标准溶液在自动滴定系统上标定。

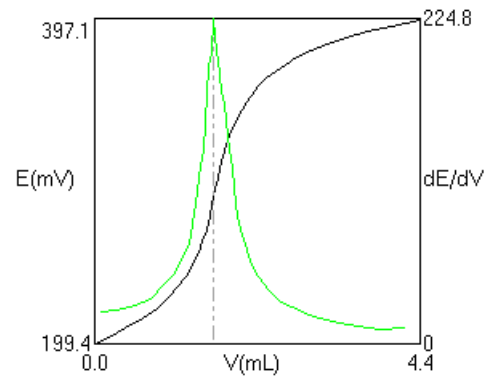
注: 由于未提供空白溶液, 故均未做空白滴定。

样品 - SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> - 滴定及其导数曲线



终点1 体积: 1.480mL 电位: 84.0mV  
浓度: 4.865e-3mol/L 0.08757%

样品 - 地理 Cl<sup>-</sup> - 滴定及其导数曲线



终点1 体积: 1.628mL 电位: 288.9mV  
浓度: 1.751e-3mol/L  
日期: 2009年5月21日 13时18分

2009/5/22