

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 1121.14—2006

土壤检测

第 14 部分：土壤有效硫的测定

Soil Testing
Part 14: Method for determination of soil available sulphur

2006-07-10 发布

2006-10-01 实施



中华人民共和国农业部 发布

前 言

NY/T 1121 《土壤检测》为系列标准,包括以下部分:

- 第1部分:土壤样品的采集、处理和贮存
- 第2部分:土壤 pH 的测定
- 第3部分:土壤机械组成的测定
- 第4部分:土壤容重的测定
- 第5部分:石灰性土壤阳离子交换量的测定
- 第6部分:土壤有机质的测定
- 第7部分:酸性土壤有效磷的测定
- 第8部分:土壤有效硼的测定
- 第9部分:土壤有效钼的测定
- 第10部分:土壤总汞的测定
- 第11部分:土壤总砷的测定
- 第12部分:土壤总铬的测定
- 第13部分:土壤交换性钙和镁的测定
- 第14部分:土壤有效硫的测定
- 第15部分:土壤有效硅的测定
- 第16部分:土壤水溶性盐总量的测定
- 第17部分:土壤氯离子含量的测定
- 第18部分:土壤硫酸根离子含量的测定

.....

本部分为 NY/T 1121 的第 14 部分。

本部分由中华人民共和国农业部提出并归口。

本部分起草单位:全国农业技术推广服务中心、广东省土壤肥料总站、农业部土壤肥料质检中心(武汉)。

本部分主要起草人:辛景树、田有国、任意、王忠良、汤建东、曲华。

土壤检测

第 14 部分:土壤有效硫的测定

1 应用范围

本部分适用于酸性土壤中有效硫含量的测定,也适用于中性和石灰性土壤中有效硫含量的测定。

2 方法提要

酸性土壤有效硫的测定,通常用磷酸盐—乙酸溶液浸提。石灰性土壤用氯化钙溶液浸提。浸出液中的少数有机质用过氧化氢消除。浸出的 SO_4^{2-} 用硫酸钡比浊法测定。

3 仪器和设备

3.1 振荡机

3.2 电热板或砂浴

3.3 分光光度计

3.4 电磁搅拌器

4 试剂和溶液

4.1 氯化钡晶粒

4.2 磷酸二氢钙

4.3 硫酸钾

4.4 阿拉伯胶

4.5 过氧化氢($\phi = 30\%$)

4.6 氯化钙

4.7 盐酸($\rho = 1.19 \text{ g/cm}^3$)

4.8 硫标准贮备液[$\rho(\text{S}) = 100 \text{ mg/L}$]

称取硫酸钾 0.543 6 g 溶于水,定容至 1 L,即为含硫(S)100 mg/L 的标准贮备液。将此溶液准确稀释成含硫(S)20 mg/L 的标准溶液备用。

4.9 阿拉伯胶水溶液(2.5 g/L)

4.10 磷酸盐—乙酸浸提剂

称取磷酸二氢钙 $[\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}]$ 2.04 g 溶于 1 L 乙酸 $[c(\text{CH}_3\text{COOH}) = 2 \text{ mol/L}]$ 溶液中。

4.11 (1+4)盐酸溶液

4.12 氯化钡晶粒

将氯化钡($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)研细,通过 0.5 mm 孔径筛。

4.13 氯化钙浸提剂(用于石灰性土壤)

称取氯化钙(CaCl_2)1.50 g 溶于水,稀释至 1 L。

5 分析步骤

5.1 绘制校准曲线

准确吸取含硫(S) 20.00 mg/L 标准溶液 0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL、12.00 mL 分别放入 50 mL 比色管中,加(1+4)盐酸溶液 2 mL 和阿拉伯胶水溶液 4 mL,用水定容,即为 0.00 mg/L、0.80 mg/L、1.60 mg/L、2.40 mg/L、3.20 mg/L、4.00 mg/L、4.80 mg/L 硫(S)标准系列溶液。将溶液转入 150 mL 烧杯中,加氯化钡晶粒 2.0 g,用电磁搅拌器搅拌 1 min,5 min~10 min 内在分光光度计上波长 440 nm 处,用 3 cm 光径比色皿比浊,用标准系列溶液的零浓度调节仪器零点,与试样溶液同条件比浊测定,读取吸光度,绘制校准曲线或求出一元直线回归方程。

5.2 试液制备

称取通过 2 mm 孔径筛的风干试样 10 g(精确到 0.01 g)于 250 mL 塑料瓶或三角瓶中,加磷酸盐—乙酸浸提剂 50.00 mL,在 20℃~25℃ 下振荡 1 h,过滤。

5.3 测定

吸取滤液 25.00 mL 于 100 mL 三角瓶中,在电热板或砂浴上加热,加过氧化氢 3 滴~5 滴氧化有机物。待有机物分解完全后,继续煮沸,除尽过剩的过氧化氢。加入(1+4)盐酸溶液 2 mL,得到清亮的溶液。将溶液无损移入 50 mL 容量瓶中,加阿拉伯胶水溶液 4 mL,用水定容后转入 150 mL 烧杯中,加氯化钡晶粒 2.0 g,用电磁搅拌器搅拌 1 min,5 min~10 min 内在分光光度计上波长 440 nm 处,用 3 cm 光径比色皿,与标准溶液同条件比浊,读取吸光度。

6 分析结果的表述

有效硫的质量分数以(mg/kg)表示,按式(1)计算:

$$\text{有效硫,mg/kg} = \frac{\rho \cdot V \cdot D}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ρ ——从校准曲线上查得测定液中硫的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

V ——测定溶液体积,单位为毫升(mL),本试验为 50 mL;

D ——分取倍数,50/25=2;

m ——试样质量,单位为克(g)。

重复试验结果用算术平均值表示,保留两位小数。

7 精密度

重复试验结果允许相对相差 $\leq 10\%$ 。

8 注释

石灰性土壤用氯化钙溶液浸提时,其土液比、振荡时间、浸提温度及其他操作与磷酸盐—乙酸提取一样,只是浸提剂种类改变了。