

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 1121.17—2006

土壤检测

第 17 部分：土壤氯离子含量的测定

Soil Testing

Part 17: Method for determination of soil chloride iron content

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 17 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、湖北省土壤肥料工作站。

本部分主要起草人:辛景树、田有国、任意、邵华、鲁明星、郑磊。

土壤检测

第 17 部分:土壤氯离子含量的测定

1 应用范围	0.01~0.2
本部分适用于含有机质较低的各种类型土壤中氯离子的测定。	0.1~0.2
2 方法提要	0.01~0.1
	0.02~0.1

在 pH6.5~10.0 的溶液中,以铬酸钾作指示剂,用硝酸银标准溶液滴定氯离子。在等当点前,银离子首先与氯离子作用生成白色氯化银沉淀,而在等当点后,银离子与铬酸根离子作用生成砖红色铬酸银沉淀,指示达到终点。由消耗硝酸银标准溶液量计算出氯离子含量。

3 试剂

3.1 0.02 mol/L 硝酸银标准溶液

准确称取 3.398 g 硝酸银(经 105℃ 烘 0.5 h)溶于水,转入 1 L 容量瓶,定容,贮于棕色瓶中。必要时可用氯化钠标准溶液标定。

3.2 5% (m/V) 铬酸钾指示剂

称取 5.0 g 铬酸钾,溶于约 40 mL 水中,滴加 1 mol/L 硝酸银溶液至刚有砖红色沉淀生成为止,放置过夜后,过滤,滤液稀释至 100 mL。

4 分析步骤

- 1) 称取通过 2 mm 筛孔风干土壤样品 50 g(精确到 0.01 g),放入 500 mL 大口塑料瓶中,加入 250 mL 无二氧化碳蒸馏水。
- 2) 将塑料瓶用橡皮塞塞紧后在振荡机上振荡 3 min。
- 3) 振荡后立即抽气过滤,开始滤出的 10 mL 滤液弃去,以获得清亮的滤液,加塞备用。
- 4) 吸取待测滤液 25.00 mL 放入 150 mL 三角瓶中,滴加 5% 铬酸钾指示剂 8 滴,在不断摇动下,用硝酸银标准溶液滴定至出现砖红色沉淀且经摇动不再消失为止。记录消耗硝酸银标准溶液的体积(V)。取 25.00 mL 蒸馏水,同上法作空白试验,记录消耗硝酸银标准溶液体积(V_0)。

5 结果计算

$$\text{Cl}^-, \text{mmol}(\text{Cl}^-)/\text{kg} = \frac{c \times (V - V_0) \times D}{m} \times 1000 \quad \dots\dots\dots (1)$$

$$\text{Cl}^-, \text{g}/\text{kg} = \text{Cl}^-, \text{mmol}(\text{Cl}^-)/\text{kg} \times 0.0355 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

V 和 V_0 —— 滴定待测液和空白消耗硝酸银标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

c —— 硝酸银标准溶液浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

D —— 分取倍数,250/25;

1 000 —— 换算成每千克含量;

m —— 称取试样质量,单位为克(g),此试验为 50 g;

0.035 —— Cl^- 的毫摩尔质量,单位为克(g)。

平行测定结果用算术平均值表示,保留二位有效数字。

6 精密度

按表 1 规定的方法测定。

表 1 氯离子平行测定结果允许相对相差

氯离子含量范围,mmol/kg	相对相差,%
<5.0	15~20
5.0~10	10~15
10~50	5~10
>50	<5

7 注意事项

- 1) 铬酸钾指示剂的用量与滴定终点到来的迟早有关。根据计算,以 25 mL 待测液中加 8 滴铬酸钾指示剂为宜。
- 2) 在滴定过程中,当溶液出现稳定的砖红色时,Ag⁺的用量已微有超过,因此终点颜色不宜过深。
- 3) 硝酸银滴定法测定 Cl⁻时,待测液的 pH 应在 6.5~10.0 之间。因铬酸银能溶于酸,溶液 pH 不能低于 6.5;若 pH>10,则会生成氧化银黑色沉淀。溶液 pH 不在滴定适宜范围,可于滴定前用稀 NaHCO₃ 溶液调节。

$$(1) \dots\dots\dots 1000 \times \frac{Q \times (V - V_0) \times \dots}{m} = \rho(\text{Cl}^-) / (\text{mmol} \cdot \text{L}^{-1})$$

$$(2) \dots\dots\dots 2.260.0 \times \rho(\text{Cl}^-) / (\text{mmol} \cdot \text{L}^{-1}) \cdot D = \rho(\text{Cl}^-) / (\text{mmol} \cdot \text{L}^{-1})$$