

F-HZ-DZ-TR-0065

土壤—全硫的测定—燃烧碘量法

1 范围

本方法适用于土壤全硫的测定。

2 原理

土样在 1250℃ 的管式高温炉中通入空气进行燃烧，使土样中的硫形成二氧化硫逸出，以盐酸溶液吸收成亚硫酸，用碘酸钾标准溶液滴定，从而计算得全硫量。

3 试剂

3.1 盐酸吸收液：在 500mL 煮沸的 0.05mol/L 盐酸溶液中[在 500mL 水中加入 2.0mL 盐酸(ρ 1.19g/mL)]，加入 200mL 淀粉溶液（在 200mL 热水中加入 10g 淀粉），混匀。吸收液使用不宜超过半个月。如使用甘薯淀粉，比普通淀粉指示终点更明显，特别适用于低量硫的测定。

3.2 重铬酸钾标准溶液：0.0500mol/L，称取在 105℃ 烘 2h 的重铬酸钾 2.4516g($K_2Cr_2O_7$)，精确至 0.0001g，溶于水，再加水稀释至 1000mL。

3.3 硫代硫酸钠标准溶液：0.05mol/L，称取 14.2g 硫代硫酸钠($Na_2S_2O_3 \cdot 7H_2O$)，溶于 200mL 水中，加入 0.2g 无水碳酸钠，溶解后加水稀释至 1000mL。放置数天后，以重铬酸钾标准溶液标定其浓度。

标定：吸取 25.00mL 重铬酸钾标准溶液置于 150mL 锥形瓶中，加入 1g 碘化钾，溶解后加入 5mL 盐酸溶液(1+1)，放置暗处 5min 后，以等体积水稀释，用硫代硫酸钠标准溶液滴定至溶液由棕红色褪至淡黄色，加入 2mL 淀粉指示剂（1g 淀粉或甘薯淀粉溶于 100mL 沸水中），继续滴定至蓝色褪去溶液呈无色为终点。硫代硫酸钠标准溶液浓度按下式计算：

$$C = \frac{C_1 \times V_1}{V}$$

式中：

C ——硫代硫酸钠标准溶液浓度，mol/L；

C_1 ——重铬酸钾标准溶液浓度，mol/L；

V ——硫代硫酸钠标准溶液用量，mL；

V_1 ——重铬酸钾标准溶液体积，mL。

3.4 碘酸钾标准溶液：0.01mol/L，称取 2.14g 碘酸钾溶解于含有 4g 碘化钾和 1g 氢氧化钾的热水中，冷却后，加水稀释至 1000mL。测定低含量硫时，可用 4g/L 碘化钾和 1g/L 氢氧化钾溶液稀释 10 倍配成 0.001mol/L 碘酸钾标准溶液。

标定：吸取 25.00mL 碘酸钾标准溶液置于 150mL 锥形瓶中，加入 5mL 盐酸溶液(1+1)，立即以刚标定浓度的硫代硫酸钠标准溶液滴定至溶液由棕红色变为淡黄色，加入 2mL 淀粉指示剂（1g 淀粉或甘薯淀粉溶于 100mL 沸水中），继续滴定至蓝色减褪至溶液呈淡蓝色即为终点。滴定近终点时，因蓝色褪去较慢，硫代硫酸钠标准溶液要慢慢滴入，每加 1 滴摇动 10s~20s，以免过量。碘酸钾标准溶液浓度按下式计算：

$$T = \frac{C_1 \times V_1 \times 32.06}{V}$$

式中：

T ——碘酸钾标准溶液对硫的滴定度，mg/mL；

V ——碘酸钾标准溶液体积，mL；

C_1 ——硫代硫酸钠标准溶液浓度，mol/L；

V_1 ——硫代硫酸钠标准溶液用量，mL；
32.06——硫原子的毫摩尔质量，mg/mmol。

- 3.5 淀粉或甘薯淀粉。
- 3.6 无水碳酸钠。
- 3.7 碘化钾。
- 3.8 盐酸溶液，1+1。
- 3.9 高锰酸钾溶液：称取 5g 高锰酸钾溶于 100mL 50g/L 碳酸氢钠溶液中。
- 3.10 硫酸铜溶液：称取 5g 硫酸铜溶于 100mL 水中。
- 3.11 硫酸 (ρ 1.84g/mL)。

4 仪器

4.1 燃烧法测定硫装置（图 1）。

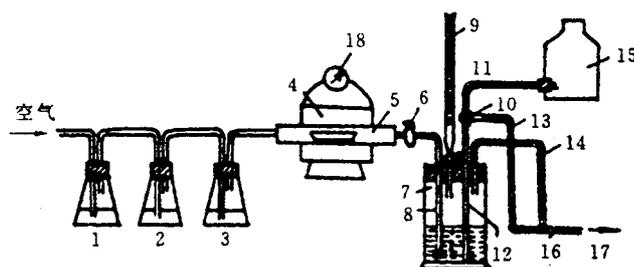


图 1 燃烧法测定硫装置

1—盛有硫酸铜溶液的洗气瓶；2—盛有高锰酸钾溶液的洗气瓶；3—盛有硫酸的洗气瓶；4—管式电炉；5—燃烧管和燃烧舟；6—三通活塞；7—吸收瓶；8—圆形玻璃漏斗；9—滴定管；10—三通活塞；11、13、14—橡皮管；12—玻璃管；15—盛吸收液的下口瓶；16、17—玻璃抽气管（或真空泵）和废液排出口；18—铂铑温度计

4.2 燃烧舟。

4.3 燃烧管。

5 操作步骤

5.1 吸收系统使用方法：当检查不漏气后，关闭活塞 6，用玻璃抽气管或真空泵进行抽气，转动活塞 10，使玻璃管 12 与橡皮管 11 连通，此时盛于下口瓶 15 中的吸收液流入吸收瓶 7 中，约 50mL 体积后，关闭活塞 10，开活塞 6，调节抽气管抽气速度，直至有均匀小气泡不断从包有尼龙布的玻璃漏斗口冒出为止。此时即可进行土样测定。当需要排出滴定废液时，打开活塞 10，使玻璃管 12 和橡皮管 13 连通，捏紧橡皮管 14，废液即由玻璃管 12 经橡皮管 13 排出。

5.2 将管式电炉预先升温至 1250℃ 左右，在吸收瓶中加入 80mL 盐酸吸收液，用玻璃抽气管或真空泵抽气调节气流速度，使空气顺序通过盛有硫酸铜溶液、高锰酸钾溶液和硫酸的洗气瓶，然后进入燃烧管，再进入盐酸吸收液的底部，最后进入抽气泵。用碘酸钾标准溶液滴定盐酸吸收液，使之从无色变为浅蓝色。

5.3 打开燃烧管的进气端，将盛有 0.5000g~1.0000g(精确至 0.0001g)通过 0.149mm 筛孔的风干土样的燃烧舟，用耐高温的不锈钢钩送入燃烧管的最热处，迅速将燃烧管与其进气端重新接紧。立即用碘酸钾标准溶液滴定，使吸收液始终保持浅蓝色（不可变为无色）。

5.4 再打开燃烧管的进气端，取出燃烧舟，继续进行另一土样的测定，不需更换盐酸吸收液。当吸收瓶中的吸收液太多时，可转动活塞适当抽去部分吸收液，再补加盐酸吸收液，并用碘酸钾标准溶液滴定至盐酸吸收液从无色变为浅蓝色。

注：燃烧管要经常保持清洁，同时燃烧管位置要固定不变，不能随意转动。装置中所用的橡皮管和橡皮塞均需预先在 250g/L 氢氧化钠溶液中煮过，借以除去可能混入的硫。

6 结果计算

按下式计算土壤全硫量:

$$W_s = \frac{1.05 \times V \times T}{m \times K}$$

式中:

W_s ——全硫量, g/kg;

1.05——经验校正系数;

V ——碘酸钾标准溶液用量, mL;

T ——碘酸钾标准溶液对硫的滴定度, mg/mL;

m ——风干土样质量, g;

K ——风干土样换算成烘干土样的水分换算系数。

注: 经试验证明, 本法测得全硫结果只相当于实际量的 95%左右, 原因是某些硫酸盐在短时间内不能分解完全, 必须乘以经验校正系数。

7 允许差

样品进行两份平行测定, 取其算术平均值, 取两位小数 (大于 5g/kg 取一位小数)。两份平行测定结果允许差按表 1 规定。

表 1 全硫测定允许差

全硫量(g/kg)	允许差(g/kg)
5~50	0.1~1
2~5	0.08~0.1
<2	<0.08

8 参考文献

- [1] LY/T1255-1999. 森林土壤全硫的测定.
- [2] 孙鸿烈, 刘光崧. 土壤理化分析与剖面描述. 北京: 中国标准出版社. 1996, 41.