

F-HZ-DZ-TR-0067

土壤—有效硫的测定—磷酸盐浸提法

1 范围

本方法适用于酸性土壤有效硫的测定。

2 原理

土壤有效硫包括易溶性硫、吸附性硫和部分有机硫，通常以磷酸二氢钙-乙酸溶液为浸提剂，除能浸提酸溶性硫酸盐以外，磷酸二氢离子还能置换出吸附性硫酸根离子，而钙离子能抑制土壤有机质的浸出，可取得清亮的浸提液，然后用过氧化氢去除少量有机质，再用硫酸钡比浊法测定硫量。

3 试剂

3.1 磷酸盐浸提剂：称取 2.04g 磷酸二氢钙 $[\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}]$ 溶于 1000mL 2mol/L 乙酸中。

3.2 过氧化氢。

3.3 盐酸溶液，1+4。

3.4 阿拉伯胶溶液：称取 0.25g 阿拉伯胶溶于水，再加水稀释至 100mL。

3.5 氯化钡晶粒：将氯化钡 $(\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O})$ 研细，筛取 0.25mm~0.5mm 部分。

3.6 硫标准溶液：称取在 105℃ 烘 2h 的 0.5436g 硫酸钾 (K_2SO_4) ，精确至 0.0001g，溶于水，再加水稀释至 1000mL。此溶液 1mL 含 100 μg 硫。再稀释至 1mL 含 10 μg 硫。

4 仪器

4.1 分光光度计。

4.2 振荡机。

4.3 电磁搅拌器。

4.4 锥形瓶，100mL。

4.5 容量瓶，25mL，100mL。

4.6 烧杯，100mL。

5 操作步骤

5.1 待测液的制备：称取通过 2mm 筛孔的风干土样 10.0000g(精确至 0.0001g)置于 100mL 锥形瓶中，加入 50mL 磷酸盐浸提剂，加塞，放在振荡机上振荡 1h(20℃~25℃)。用慢速滤纸过滤于 100mL 容量瓶中，用水洗涤，再加水稀释至刻度，摇匀。同时做空白试验。

5.2 测量吸光度：吸取 25.00mL 溶液置于 100mL 锥形瓶中，在电热板上加热，并用 3 滴~5 滴过氧化氢氧化有机质。待有机质分解完全后，继续煮沸，除尽过氧化氢。加入 1mL 盐酸溶液(1+4)，得到清亮的溶液。将溶液移入 25mL 容量瓶中，用少量水洗净锥形瓶。加入 2mL 阿拉伯胶溶液，加水稀释至刻度，摇匀。将溶液转入 100mL 烧杯中，加入 1.0g 氯化钡晶粒，放在电磁搅拌器上搅拌 1min。在 5min~30min 内，在分光光度计上，于 440nm 波长处，用 3cm 吸收皿测量吸光度，从工作曲线上查得相应的硫量。

5.3 工作曲线：分别取 0、10、30、50、80、100、120 μg 硫酸溶液置于 25mL 容量瓶中，加入 1mL 盐酸溶液(1+4)和 2mL 阿拉伯胶溶液，加水稀释至刻度，摇匀，按 5.2 测量吸光度步骤测量吸光度，绘制工作曲线。

注 1：本方法适用于酸性土壤，中性和石灰性土壤可采用 0.5mol/L 碳酸氢钠溶液(pH8.5)浸提剂(见 F-HZ-DZ-TR-0060 土壤有效磷的测定—碳酸氢钠浸提法)。

注 2：工作曲线在浓度低的一端不成直线，为了提高分析精度，可在样品溶液和工作曲线标准系列中都添加等量的硫标准溶液(加入 2.50mL 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 硫标准溶液)。

6 结果计算

按下式计算土壤有效硫量：

$$W_s = \frac{C \times t}{m \times K \times 10^3} \times 1000$$

式中：

W_s ——有效硫量，mg/kg；

C ——从工作曲线上查得有效硫量， μg ；

t ——分取倍数（溶液总体积 100mL/吸取溶液体积 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。

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 10mg/kg 取一位小数）。两份平行测定结果允许差按表 1 规定。

表 1 有效硫测定允许差

有效硫量(mg/kg)	允许差(mg/kg)
100~300	5~15
10~100	0.5~5
1~10	0.05~0.5
0.2~1	0.02~0.05
0.1~0.2	0.01~0.02
<0.1	<0.01

8 参考文献

- [1] LY/T1265-1999. 森林土壤有效硫的测定.
- [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.
- [3] 鲁如坤. 土壤农业化学分析方法. 北京: 中国农业科技出版社. 1999, 199.