

前 言

本标准在编写上,按 GB/T 1.1—1993 的要求执行。

测定土壤有效硫通常采用磷酸盐-HOAc 溶液或碳酸氢钠溶液浸提,浸出的硫包括易溶硫、吸附性硫以及部分有机硫;磷酸盐-HOAc 浸提剂适用于酸性土壤,中性和石灰性土壤的有效硫可用 0.5 mol/L NaHCO_3 (pH8.5)为浸提剂。

本标准由中国林业科学研究院林业研究所归口。

本标准起草单位:中国林业科学研究院林业研究所森林土壤研究室。

本标准主要起草人:张万儒、杨光滢、屠星南、张萍。

森林土壤有效硫的测定

Determination of available sulphur in forest soil

1 范围

本标准规定了采用磷酸盐-HOAc 浸提-BaSO₄ 比浊法测定森林土壤有效硫的方法。
本标准适用于森林土壤有效硫的测定。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

LY/T 1258—1999 森林土壤有效硼的测定

3 方法要点

用 Ca(H₂PO₄)₂·2 mol/L HOAc 浸提剂浸提酸性土壤的有效硫,除能浸出酸溶性硫酸盐类以外, H₂PO₄⁻ 能置换出吸附性 SO₄²⁻, Ca²⁺ 能抑制土壤有机质的浸出,并取得清亮的浸出液。浸出液中的少量有机质用 H₂O₂ 氧化除尽后,即可用简单快速的 BaSO₄ 比浊法测定 SO₄²⁻。

4 试剂

- 4.1 过氧化氢(H₂O₂,分析纯)。
- 4.2 1:4 盐酸(HCl,分析纯)。
- 4.3 2.5 g/L 阿拉伯胶水溶液。
- 4.4 浸提剂:2.04 g Ca(H₂PO₄)₂·H₂O 溶于 1 L 2 mol/L HOAc 中。
- 4.5 BaCl₂·2H₂O 晶粒:将 BaCl₂(分析纯)晶块研细,筛取 0.25~0.5 mm 部分。
- 4.6 100 μg/mL 硫标准溶液:0.5436 g K₂SO₄ 溶于水,定容至 1 L。

5 主要仪器

振荡机;电热板或砂浴;分光光度计;电磁搅拌器。

6 测定步骤

- 6.1 取通过 2 mm 筛的风干土样 10.00 g,加 50 mL 浸提剂,在 20~25℃ 振荡 1 h,过滤。
- 6.2 吸取滤液 25 mL 于 100 mL 三角瓶中,在电热板或砂浴上加热,用浓 H₂O₂ 3~5 滴氧化有机物。待有机物分解完全后,继续煮沸,除尽过剩的 H₂O₂。加入 1 mL 1:4HCl,得到清亮的溶液。
- 6.3 将全部溶液转入 25 mL 容量瓶中,三角瓶用水洗涤数次。加入 2 mL 2.5 g/L 阿拉伯胶,用水定容。转入 150 mL 烧杯,加 BaCl₂·2H₂O 1.0 g,于电磁搅拌器上搅拌 1 min。在 5~30 min 以内,取一份装入 3 cm 比色槽中,用分光光度计在波长 440 nm 处比浊。在测定样品的同时,应做试剂空白试验。

6.4 工作曲线的绘制:将 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 硫标准液用水稀释至 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。吸取 0,1,3,5,8,10,12 mL 分别放入 25 mL 容量瓶,加入 1 mL 1:4HCl 和 2 mL 2.5 g/L 阿拉伯胶,用水定容,得到 0,0.4,1.2,2,3.2,4,4.8 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 硫的标准系列。用同上的测定步骤比浊,然后绘制工作曲线。

7 结果计算

$$W_s = \frac{c \times V \times t_s}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中: W_s ——有效硫(S)含量,mg/kg;
 c ——从标准曲线上查得硫的浓度, $\mu\text{g}/\text{mL}$;
 m ——土壤样品质量,g;
 V ——比浊体积,25 mL;
 t_s ——分取倍数($t_s=2$)。

8 允许偏差

按 LY/T 1258—1999 中的规定。

注

- 1 工作曲线在浓度低的一端不成直线。为了提高测定的可靠性,可在样品溶液和标准系列中都添加等量的 SO_4^{2-} -S,使浓度提高 1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ S(加入 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ S 标准液 2.5 mL)。
- 2 测定土壤有效硫通常采用磷酸盐-HOAc 溶液或 NaHCO_3 溶液浸提。浸出的硫包括易溶硫、吸附性硫以及部分有机硫。磷酸盐-HOAc 浸提剂适用于酸性土壤;中性和石灰性土壤的有效硫则可用 0.5 mol/L NaHCO_3 (pH8.5) 为浸提剂。