

备案号：59989—2017

WW

中华人民共和国文物保护行业标准

WW/T 0081—2017

考古现场土壤化学指标检测规范

Specification for testing chemical characteristic of soil on archaeological site

2017-07-19 发布

2017-12-01 实施

中华人民共和国国家文物局 发布

中华人民共和国文物保护行业标准
考古现场土壤化学指标检测规范

Specification for testing chemical characteristic of soil on archaeological site
WW/T 0081—2017

*

中华人民共和国国家文物局主编
文物出版社出版发行
北京市东城区东直门内北小街2号楼

<http://www.wenwu.com>

E-mail: web@wenwu.com

北京鹏润伟业印刷有限公司印刷
新华书店经 销

*

开本: 880 毫米×1230 毫米 1/16
印张: 1

2017年12月第1版 2017年12月第1次印刷
统一书号: 115010·1892 定价: 16.00元

前　　言

本标准按照 GB/T1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中华人民共和国国家文物局提出。

本标准由全国文物保护标准化技术委员会（SAC/TC 289）归口。

本标准起草单位：敦煌研究院。

本标准主要起草人：苏伯民、水碧纹、于宗仁、崔强、李燕飞、张文元、殷志媛、冯雅琪。

目 次

前言	III
1 适用范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 土壤样品采集	1
4.1 采集原则	1
4.2 信息记录	1
4.3 样品采集	1
4.4 样品保存	2
5 土壤化学指标检测	2
5.1 土壤化学指标检测方法	2
5.2 土壤含水率检测	2
5.3 土壤酸碱度测定	2
5.4 土壤可溶盐检测	3
6 检测报告	4
附录 A (规范性附录) 考古现场土壤样品信息记录表	5
附录 B (资料性附录) 离子色谱法淋洗液、再生液、标准溶液的制备	6
附录 C (规范性附录) 考古现场土壤化学指标检测报告格式	7
参考文献	9

考古现场土壤化学指标检测规范

1 适用范围

本标准规定了考古现场土壤样品采集方法、土壤化学指标检测方法、检测报告的撰写格式。

本标准适用于考古现场土壤含水率、酸碱度、可溶盐等化学指标的检测。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 9724 化学试剂 pH 值测定通则

GB/T 50123 土工试验方法标准

JY/T 020 离子色谱分析方法通则

LY/T 1251 土壤中水溶性盐的测定方法

NY/T 1377 土壤 pH 值的测定

NY/T 52 土壤水分测定法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

土壤含水率 water content of soil

土壤中水的质量（ ω ）与固体颗粒质量（ M_s ）之比。

3.2

土壤酸碱度 soil acidity

土壤酸碱性的强弱程度，以 pH 值来表示。

3.3

土壤可溶盐 soluble salts in soil

土壤中可被水溶解的盐分。

4 土壤样品采集

4.1 采集原则

4.1.1 安全性原则

样品采集必须确保出土文物的安全和遗址的稳定。

4.1.2 代表性原则

依据样品的分析要求，保证所采集样品的代表性和合理性。

4.2 信息记录

土壤样品采集信息记录表见附录 A。

4.3 样品采集

4.3.1 纵向采集

在发掘过程中，选择代表性的典型剖面自上而下，按照不同堆积单位进行采样，不在纵剖面上但离剖面较近的透镜体，可在此层位中增加采样。对未发掘的遗址区，可借助洛阳铲钻孔采样，以土质、土色、土壤结构、密度和硬度、以及包含物等差异综合分析判定遗址堆积层次，自上至下逐

层采样。堆积比较厚的层位可以增加样品，采样间隔不得超过 50cm。

注：透镜体泛指形似透镜状分布的砂层或岩体。

4.3.2 横向采集

对开口于同一堆积层面下的遗存，按照不同堆积单位进行采样。对于性质比较单一的大型遗存，如大型建筑或广场等同时期遗存，已发掘的区域沿遗迹平面进行均匀采样，采样间隔以 50cm ~ 100cm 为宜，一般取 3 ~ 5 组样品；未发掘的遗址区，可对不同位置探孔中同一深度的土壤采样，以便样品做横向对比。

4.3.3 样品量

每份土壤样品的采集量不少于 60g。

4.4 样品保存

土壤样品采集后，应立刻放入专用样品袋中密封、避光保存。土壤的含水率检测应在 6h 内完成。

5 土壤化学指标检测

5.1 土壤化学指标检测方法

考古现场土壤化学指标推荐检测方法见表 1。

表 1 考古现场土壤化学指标检测推荐方法

序号	参数	检测方法	依据
1	含水率	红外水分仪法	GB/T 50123NY/T 52
2	酸碱度	pH 计法	GB/T 9724NY/T 1377
3	可溶盐	离子色谱法	GB/T 50123JY/T 020LY/T 1251

5.2 土壤含水率检测

5.2.1 仪器

采用烘干法测定土壤水分，设备采用红外水分测定仪，测量范围：0% ~ 100%，干燥温度范围：30℃ ~ 105℃。

5.2.2 样品处理

按照 GB/T 50123 及 NY/T 52 中的规定执行。

5.2.3 含水率测定

将土壤样品平铺于红外水分测定仪天平托盘上，关闭样品舱盖，加热至 105℃，待被测样品恒重时，直接读取样品含水率数值并记录。

5.2.4 检测要求

含水率测定应进行平行测定（最少 3 次），取测值的平均值，以百分数表示。测定的差值：当含水率小于 40% 时小于 1%；当含水率大于、等于 40% 时小于 2%。

5.3 土壤酸碱度测定

5.3.1 仪器和试剂

采用 pH 计法测定土壤酸碱度，仪器测量范围：0.00pH ~ 14.00pH，温度范围：0℃ ~ 100℃，测量精度 $\pm 0.01\text{pH}$ 。

标准缓冲溶液、滴定溶液、制剂及制品，均按 GB/T 601、GB/T 603 的规定制备。

5.3.2 样品处理

将测完含水率后的样品自然冷却，用橡胶头研棒碾碎，过 2mm 孔径的试验筛后混合均匀，制备成土样。准确称量 $10\text{g} \pm 0.01\text{g}$ 土样，用去离子水浸泡、磁力搅拌或超声振荡处理后静置，取上清液

作为待测溶液。

5.3.3 pH 值测定

按以下过程进行：

a) pH 计的校正

使用三种 pH 标准缓冲溶液（邻苯二甲酸氢钾：25℃，pH = 4.00；混合磷酸盐：25℃，pH = 6.86；氢氧化钙：25℃，pH = 12.45）进行 pH 计的校正，并进行温度补偿，误差不得大于 0.1。

b) 待测溶液的 pH 值测定

将待测溶液分为两份，分别测定。测量前，待测溶液与标准缓冲溶液的温度差应不超过1℃。测量时，被测溶液应在搅拌条件下，将电极插入其中，待读数稳定后（至少30s）读取pH值。每份样品需测量3次，取平均值，两份样品pH测定结果误差不得大于±0.02。

5.3.4 土壤酸碱度判定

土壤酸碱度与 pH 值的对应关系见表 2。

表 2 考古现场土壤 pH 值与土壤酸碱度对照表

pH 值	土壤酸碱度
< 4. 50	极强酸性土壤
4. 50 ~ 5. 50	强酸性土壤
5. 50 ~ 6. 50	酸性土壤
6. 50 ~ 7. 50	中性土壤
7. 50 ~ 8. 50	碱性土壤
8. 50 ~ 9. 50	强碱性土壤
> 9. 50	极强碱性土壤

5.4 土壤可溶盐检测

5.4.1 仪器与试剂

仪器：离子色谱仪。

试剂：淋洗液、再生液、去离子水。

淋洗液、再生液的试剂纯度应是分析纯或分析纯以上。淋洗液、再生液及标准溶液的配制参见附录 B。

去离子水：电导率 $<1\mu\text{S}/\text{cm}$ (20℃)，配置淋洗液前，去离子水应脱气5min。

5.4.2 样品处理

将土样充分研磨并过 50 目筛后称取 1g（精确至 0.01g），置于干燥的 20ml 带盖容器中，加入 10ml 去离子水，超声波振荡 3min。用过滤器（孔径 0.22 μm）过滤，取清液 1ml 待测。若样品中存在胶体，需加热后离心处理，再取上清液待测。

5.4.3 离子色谱测定

根据 GB/T 50123 和 JY/T 020 中的有关规定, 结合实际需求, 测定 Na^+ 、 K^+ 、 Mg^{2+} 、 Ca^{2+} 、 F^- 、 Cl^- 、 NO_3^- 、 SO_4^{2-} 等离子的含量。

5.4.4 结果计算

定量方法通常采用外标法、内标法和内加法，各种定量方法都应先以标准样品校正后再分析未知样品。以 mg/g 表示土壤样品中某离子含量 Q ，按式（1）计算。离子色谱分析检测报告见附录 C。

$$Q \text{ (mg/g)} = \frac{C \times V \times N}{G \times 1000} \dots \dots \dots \quad (1)$$

式中：

C —测得的某离子浓度，mg/l；

V —待测液体积，ml；

N —稀释倍数；

G —取样量，g。

6 检测报告

检测报告格式见附录C。

附录 A
(规范性附录)
考古现场土壤样品信息记录表

考古现场土壤样品信息记录表格式见表 A. 1。

表 A. 1 考古现场土壤样品信息记录表

样品编号				遗址（墓葬）名称		
考古单元				取样位置		
取样日期				取样人		
样品文化层信息						
取样方法						
样品描述						
样品大小/数量						
绘图号			照片号			
取样位置照片（远距离）			取样位置照片（近距离）：			
分析项目		含水率 酸碱度 可溶盐 其他				
备注						

附录 B
(资料性附录)

离子色谱法淋洗液、再生液、标准溶液的制备

B. 1 淋洗液

B. 1. 1 阴离子淋洗液

3. 5mmol/L Na_2CO_3 及 1. 0mmol/L NaHCO_3 淋洗液：0. 371g 无水 Na_2CO_3 和 0. 084g NaHCO_3 溶于少量去离子水中，稀释至 1000ml，用于阴离子分离。

B. 1. 2 阳离子淋洗液

20mmol/L 甲磺酸淋洗液：1. 3ml 甲磺酸加去离子水，稀释至 1000ml。

B. 2 再生液

50mmol 的 H_2SO_4 溶液：2. 7mL 浓硫酸对 1000ml 的去离子水。

B. 3 阳离子标准溶液

Na^+ ：称取已在 105℃ 干燥 1h 的氯化钠（ NaCl ） $2.5420\text{ g} \pm 0.0005\text{ g}$ ，溶于水，移入 1L 容量瓶中，稀释至刻度。

K^+ ：称取已在 105℃ 干燥 1h 的氯化钾（ KCl ） $1.9067\text{ g} \pm 0.0005\text{ g}$ ，溶于水，移入 1L 容量瓶中，稀释至刻度。

Mg^{2+} ：称取金属镁粉（ Mg ） $1.0000\text{ g} \pm 0.0005\text{ g}$ ，缓慢加入 1mol/L 的盐酸 50ml，溶解并冷却后，移入 1L 容量瓶中，以去离子水稀释至刻度。

Ca^{2+} ：称取已在 180℃ 干燥 1h 的碳酸钙粉末（ CaCO_3 ） $2.4970\text{ g} \pm 0.0005\text{ g}$ ，缓慢加入 50ml 1mol/L 的盐酸，溶解并冷却后，移入 1L 容量瓶中，以去离子水稀释至刻度。

B. 4 阴离子标准溶液

F^- ：称取氟化钠（ NaF ） $2.2100\text{ g} \pm 0.0005\text{ g}$ ，溶于去离子水，移入 1L 容量瓶中，稀释至刻度并储存于塑料瓶中。

Cl^- ：称取已在 105℃ 干燥 1h 的氯化钠（ NaCl ） $1.6480\text{ g} \pm 0.0005\text{ g}$ ，溶于去离子水，移入 1L 容量瓶中，稀释至刻度。

NO_3^- ：称取已在 105℃ 干燥 48h 的硝酸钠（ NaNO_3 ） $1.5000\text{ g} \pm 0.0005\text{ g}$ ，溶于去离子水，移入 1L 容量瓶中，稀释至刻度，该溶液置于冰箱中可保存半年。

SO_4^{2-} ：称取已在 105℃ 干燥 6h 的无水硫酸钠（ Na_2SO_4 ） $1.4890\text{ g} \pm 0.0005\text{ g}$ ，溶于去离子水，移入 1L 容量瓶中，稀释至刻度。

附录 C
(规范性附录)
考古现场土壤化学指标检测报告格式

考古现场土壤化学指标检测报告封面格式见图 C. 1。

报告编号:	考古现场土壤化学指标检测报告	
遗址（墓葬）名称:	_____	
委托单位:	_____ (公章)	
检测负责人:	_____	
检测审核人:	_____	
检测单位:	_____ (公章)	
检测日期:	_____	

图 C. 1 考古现场土壤化学指标检测报告封面

考古现场土壤化学指标检测报告内容格式见表 C. 1。

表 C.1 考古现场土壤化学指标检测报告

检测日期: _____

参考文献

- [1] GB/T 14642—2009 工业循环冷却水及锅炉水中氟、氯、磷酸根、亚硝酸根、硝酸根和硫酸根的测定 离子色谱法
 - [2] GB/T 15454—2009 工业循环冷却水中钠、铵、钾、镁和钙离子的测定 离子色谱法
 - [3] NY/T 1121. 1—2006 土壤样品的采集、处理和贮存
 - [4] WW/T 0032—2008 古代壁画地仗层可溶盐分析的取样与测定
 - [5] 中华人民共和国文物保护法
 - [6] 国际古迹遗址理事会中国国家委员会, 中国文物古迹保护准则, 2000 年 10 月, 承德
 - [7] 全国农业技术推广服务中心, 土壤分析技术规范
-

WW/T 0081 — 2017

统一书号：115010 · 1892
定价：16.00 元