土壤阳离子交换量测定方法

1 前言

土壤的阳离子由有机质的交换基与无机质的交换基所构成，前者主要是腐殖质酸，后者主要是粘土矿物。它们在土壤中互相结合着，形成了复杂的有机无机胶质复合体，所能吸收的阳离子总量包括交换性盐基(K+、Na+、Ca+、Mg+)和水解性酸，两者的总和即为阳离子交换量。其交换过程是土壤固相阳离子与溶液中阳离子起等量交换作用。阳离子交换量的大小，可以作为评价土壤保水保肥能力的指标，是改良土壤和合理施肥的重要依据之一。

目前土壤阳离子交换量的测定方法主要有乙酸铵交换法，氯化铵-乙酸铵交换法，氯化钡-硫酸强迫交换法和乙酸钠-火焰光度法等一系列方法。其中应用较为广泛的则是乙酸铵交换法，此方法适用于中性及酸性土壤，具有结果准确等优势。利用阳离子交换测定仪进行实验，为后续蒸馏、滴定和计算节省了时间与人工。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

K1160 阳离子交换量测定仪，分析天平，离心机，离心管（100mL）。

2.2 试剂

盐酸（分析纯），1mol/L 乙酸铵溶液，95%乙醇溶液，

液体石蜡（化学纯），氧化镁，20g/L 硼酸溶液，溴甲酚绿-甲基红混合指示剂，pH 缓冲溶液，K-B 指示剂，纳氏试剂，1mol/L 氯化铵溶液。

详细试剂配制见附录。

3 实验方法

3.1 样品制备：称取通过 1mm 筛孔的风干土样 2.00g，放入 100ml 离心管中沿壁加入少量 1mol/L 乙酸铵溶液，用橡皮头玻璃搅拌土样，使其成为均匀的泥浆状态，在加入乙酸铵溶液至总体积约 60ml，并充分搅拌均匀，然后用乙酸铵溶液洗净橡皮玻棒，溶液收入离心管内。将离心管用乙酸铵溶液使之质量平衡，粗配平。平衡好的离心管对称放入离心机中，离心 3-5min，转速 3000r/min。每次离心后的清液收集在 250ml 容量瓶中，如此用乙酸铵溶液处理 2-3 次，直到浸出液中无钙离子反应为止（检查钙离子：取浸出液 5ml，放在试管中，加 pH10 缓冲溶液 1ml，再加入少许 K-B 指示剂，如呈蓝色，表示无钙离子：如呈紫红色，表示有钙离子）。最后用乙酸铵溶液定容，保留离心清液用于测定交换性盐基。

3.2 样品清洗：往载土的离心管中加入少量 95%的乙醇，用橡皮玻璃棒搅拌土样，使其成为泥浆状态，再加乙醇约至 60ml，用橡皮玻璃棒充分搅拌均匀，以便洗去土粒表面多余的乙酸铵，切不可有小土团存在，然后将离心管用乙醇使之质量平衡，粗配平，并对称放入离心机中，离心 3-5min，转速 3000r/min，弃去乙醇溶液。如此反复用乙醇洗 2-3 次，直至最后一次乙醇清液中无铵离子为止（检查铵离子：取乙醇清液，立即加一滴纳氏试剂，如无黄色，表示无铵离子，也可用甲基红-溴甲酚绿混合指示剂进行检查）。

3.3 转移：洗去多余的铵离子后，先用水冲洗离心管外壁，再往离心管中加入少量水，并搅拌成糊状，再用水将泥浆洗入消化管中，并用橡皮玻璃棒擦洗离心管内壁，使全部土样转入消化管中，洗入水的体积应控在 50-80ml。

3.4 仪器参数：消化管内加入 2ml 液体石蜡和 1g 左右氧化镁。立即把消化管装在仪器上,设置程序如下：

硼酸	稀释水	碱液	蒸馏量	蒸汽流量
25mL	0mL	0mL	5min	100%

每份土样做不少于两次的平行的测定。同时做空白试验。

4 结果与讨论

4.1 实验结果：仪器自动滴定并计算，计算公式如下。

$$CEC = \frac{c \times (V - V_0)}{m_1 \times K_2 \times 10} \times 1000$$

式中:CEC: 阳离子交换量,cmol(+)/kg;

C: 盐酸标准溶液的浓度，mol/L；

V: 盐酸标准溶液的用量，mL；

V_0: 空白试验盐酸标准溶液的用量,mL；

m_1: 风干土样质量，g；

K_2: 将风干土换算成烘干土的水分换算系数;

10: 将 mmol 换算成 cmol 的倍数。

编号	取样量（g）	滴定体积（mL）	阳离子交换量（cmol(+)/kg）	绝对偏差（cmol(+)/kg）
1	2.0604	4.2212	20.260	0.425
2	2.0048	4.1129	20.277	
3	2.1409	4.3083	19.908	
4	2.1135	4.2458	19.868	
5	2.0024	4.0637	20.054	
6	2.0095	4.1255	20.293	

标准样品：GBW07461(ASA-10)　安徽潮土

理论值：　20±2cmol(+)/kg

4.2 结论

根据国标上显示：含阳离子交换量 10-30cmol(+)/kg 时，绝对偏差为 0.5-1.5cmol(+)/kg。可见用凯氏定氮法测定土壤中的阳离子交换量符合国标要求且重复性良好。

参考文献：《LYT 1243-1999 森林土壤阳离子交换量的测定》

注意事项：

实验中应注意以下方面:

1.如没有离心机也可改用淋洗法。

2.检查钙离子的方法：取最后一次乙酸铵浸出液 5 ml　放在试管中，加 pH10 缓冲液 1ml，加少许 K-B 指示剂。如溶液呈蓝色，表示无钙离子；如呈红色，表示有钙离子，还要用乙酸铵继续浸提。

3.在整个过程中注意切不可有小土团的存在，否则会对结果有一定影响。

4.因指示剂较为灵敏 ,在做离子检查前 ,请先确定试管中无钙离子或铵根的影响。用甲基红-溴甲酚绿指示剂时，请先确定容器表面没有水分存在。

5.实验完成后请用大量的水进行空蒸，放置土样残留在防溅瓶中。

附录

1. 盐酸分析纯，c(HCL)=0.1mol/L，标准滴定液。

2. 1mol/L 乙酸铵溶液：称取 77.09g 乙酸铵，用水溶解并稀释至近 1L。必要时用 1:1 氨水或乙酸调节至 PH7.0，然后定容至 1L。

3. 液体石蜡（化学纯）

4. 氧化镁：将氧化镁放入镍蒸发皿内，在 500~600℃马福炉中灼烧 30min，冷却后贮藏在密闭的玻璃器皿中。

5. 20g/L 硼酸溶液：20g 硼酸溶于 1L 无二氧化碳蒸馏水。

6. 溴甲酚绿-甲基红混合指示剂：0.099 g 溴甲酚绿和 0.066 g 甲基红于玛瑙研钵中，加少量乙醇，研磨至指示剂完全溶解为止，最后加乙醇至 100 ml。

7. pH 缓冲溶液：67.5g 氯化铵溶于无二氧化碳水中，加入新开瓶中浓氨水 570ml，用水稀释至 1L，贮存于塑料瓶中，并注意防止吸收空气中的二氧化碳。

8. K-B 指示剂：0.5g 酸性铬蓝 K 和 1.0g 萘酚绿与 100g 氯化钠（105℃烘至恒重）一同研磨匀，越细越好，贮于棕色瓶中。

9. 纳氏试剂：134g 氢氧化钾溶于 460ml 水中，20g 碘化钾溶于 50ml 水中加入约 32g 碘化汞，使溶液至饱和状态，然后将两溶液混合即成。

10. 1mol/L 氯化铵溶液：53.5g 氯化铵溶于水中，并定容至 1L。