中华人民共和国农业行业标准

中性土壤阳离子交换量和交换性盐基的测定

NY/T 295—1995

1 主题内容与适用范围

本标准规定了土壤阳离子交换量和交换性盐基的测定原理、试剂、仪器设备、样品制备、分析步骤和结果表述。

本标准适用于中性土壤阳离子交换量和交换性盐基的测定，也可用于微酸性少含 2∶1 型粘土矿物的土壤。

2 引用标准

GB 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB 7121 土壤中水分的测定方法

3 原理

用 1 mol/L 乙酸铵溶液(pH 7.0)反复处理土壤，使土壤成为铵离子饱和土。过量的乙酸铵用 95% 乙醇洗去，然后加氧化镁，用定氮蒸馏的方法进行蒸馏。蒸馏出的氨用硼酸溶液吸收，以标准酸液滴定，根据铵离子的量计算土壤阳离子交换量。

土壤交换性盐基(钙、镁、钾、钠)是用土壤阳离子交换量测定时所得到的乙酸铵土壤浸提液，在选定工作条件的原子吸收分光光度计上直接测定；但所用钙、镁、钾、钠标准溶液应用乙酸铵溶液配制，以消除基体效应。用土壤浸出液测定钙、镁时，还应加入释放剂锶，以消除铝、磷和硅对钙、镁测定的干扰。

4 试剂

所有试剂除注明者外，均为分析纯；水均指去离子水。

4.1 1 mol/L 乙酸铵溶液(pH 7.0)：称取 77.09 g 乙酸铵(GB 1292)，用水溶解并稀释至近 1 L。必要时用 1∶1 氨水或稀乙酸调节至 pH 7.0，然后定容至 1 L。

4.2 95%乙醇溶液(工业用，必须无铵离子)。

4.3 液体石蜡(化学纯)。

4.4 氧化镁：将氧化镁(HG 3—1294)放入镍蒸发皿内，在 500～600℃马福炉中灼烧 30 min，冷却后贮藏在密闭的玻璃器皿中。

4.5 20 g/L 硼酸溶液：20 g 硼酸(GB 628)溶于 1 L 无二氧化碳蒸馏水。

4.6 甲基红-溴甲酚绿混合指示剂：将 0.066 0 g 甲基红(HG 3—958)和 0.099 0 g 溴甲酚绿(HG 3—1220)置于玛瑙研钵中，加少量 95%乙醇，研磨至指示剂完全溶解为止，最后加 95%乙醇至 100 mL。

4.7 0.025 mol/L 盐酸标准溶液：吸取 2 mL 浓盐酸(GB 622，ρ_{20}=1.19 g/mL)用水适量稀释，然后加水定容至 1 L，再用基准无水碳酸钠标定(见 GB 601 第 4.2 条)。

4.8 pH10 缓冲溶液：67.5 g 氯化铵(GB 658)溶于无二氧化碳水中，加入新开瓶中浓氨水(GB 631，ρ_{20}=0.090 g/mL)570 mL，用水稀释至 1 L，贮存于塑料瓶中，并注意防止吸收空气中的二氧化碳。

中华人民共和国农业部 1995-11-23 批准　　1996-05-01 实施

4.9 K-B 指示剂：0.5 g 酸性铬蓝 K(沪 Q/HG 22—215)和 1.0 g 萘酚绿 B($C_{30}H_{15}N_3Na_3Fe$)与 100 g (经 105℃烘干)99.8%氯化钠(GB 1266)一同研细磨匀，越细越好，贮于棕色瓶中。

4.10 纳氏试剂：134 g 氢氧化钾(GB 2303)溶于 460 mL 水中；20 g 碘化钾(GB 1272)溶于 50 mL 水中，加入约 32 g 碘化汞(HG 3—1067)，使溶解至饱和状态；然后将两溶液混合即成。

4.11 1 000 mg/L 钙标准贮备液：2.497 2 g 碳酸钙(优级纯，经 110℃烘 4 h)溶于 1 mol/L 盐酸溶液中，煮沸赶去二氧化碳，用水洗入 1 L 容量瓶中，定容，贮存于塑料瓶中备用。

4.12 1 000 mg/L 镁标准贮备液：1.658 3 g 氧化镁(优级纯，经 110℃烘 4 h)溶于少量 6 mol/L 盐酸溶液中，用水洗入 1 L 容量瓶中，定容，贮存于塑料瓶中备用。

4.13 钙、镁标准混合工作液：分别吸取钙标准贮备液(4.11)2.50 mL 和镁标准贮备液(4.12)0.25 mL 于 50 mL 容量瓶中，用 1 mol/L 乙酸铵溶液(4.1)定容，此液含钙 50 mg/L，含镁 5 mg/L。

4.14 1 000 mg/L 钾标准贮备液：1.906 8 g 氯化钾(优级纯，经 105℃烘 4 h)溶于水，定容至 1 L。

4.15 1 000 mg/L 钠标准贮备液：2.542 1 g 氯化钠(基准试剂，经 105℃烘 4 h)溶于水，定容至 1 L。

4.16 钾、钠标准混合工作液：分别吸取钾标准贮备液(4.14)和钠标准贮备液(4.15)各 2.5 mL 用 1 mol/L 乙酸铵溶液(4.1)定容至 50 mL，此溶液含钾和钠各 50 mg/L。

4.17 90 g/L 氯化锶溶液：称取 90 g 氯化锶，加水溶解后，再稀释至 1 L，摇匀(此液含锶约 30 000 mg/L)。

5 仪器设备

5.1 土壤筛：孔径 1 mm。

5.2 离心管：100 mL。

5.3 天平：感量 0.1，0.000 1 g。

5.4 电动离心机：转速 3 000～4 000 r/min。

5.5 火焰光度计。

5.6 原子吸收分光光度计。

6 阳离子交换量的测定和计算

6.1 测定步骤

6.1.1 称取通过 1 mm 筛孔(5.1)的风干土样 2.00 g，质地较轻的土壤称 5.00 g，放入 100 mL 离心管(5.2)中，沿壁加入少量 1 mol/L 乙酸铵溶液(4.1)，用橡皮头玻璃棒搅拌土样，使其成为均匀的泥浆状态；再加乙酸铵溶液至总体积约 60 mL，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。

6.1.2 将离心管(5.2)成对放在粗天平(5.3)的两个托盘上，用乙酸铵溶液(4.1)使之质量平衡。平衡好的离心管对称放入电动离心机(5.4)中，离心 3～5 min，转速 3 000～4 000 r/min。每次离心后的清液收集在 250 mL 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 5 mL，放在试管中，加 pH10 缓冲溶液(4.8)1 mL，再加少许 K-B 指示剂(4.9)，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 B 用于测定交换性盐基。

6.1.3 往载土的离心管中加入少量 95%的乙醇(4.2)，用橡皮头玻璃棒搅拌土样，使其成为泥浆状态，再加乙醇约 60 mL，用橡皮头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。然后将离心管成对放在粗天平的两个托盘上，用乙醇使之质量平衡，并对称放入离心机中，离心 3～5 min，转速 3 000～40 000 r/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：取乙醇清液一滴，放在白瓷比色板中，立即加一滴纳氏试剂(4.10)，如无黄色，表示无铵离子)。

6.1.4 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，再用水将泥浆洗入凯氏瓶中，并用橡皮头玻璃棒擦洗离心管内壁，使全部土样转入凯氏瓶中，洗入水的体积应控制在50～80 mL。蒸馏前往凯氏瓶内加入数滴液体石蜡(4.3)和1 g左右氧化镁(4.4)。立即把凯氏瓶装在蒸馏装置上。

6.1.5 将盛有20 mL的20 g/L硼酸溶液(4.5)和3滴混合指示剂(4.6)的接收瓶，放入蒸馏装置中进行蒸馏；待蒸馏体积达到80 mL后，取下接收瓶，用0.025 mol/L盐酸标准溶液(4.7)滴定，并记录用量。

每份土样作不少于两次的平行测定。同时做空白试验。

6.2 分析结果的表述

6.2.1 计算方法和公式

土壤阳离子交换量以cmol/kg(+)表示，按烘干土重计算，由式(1)给出：

$$\text{土壤阳离子交换量} = \frac{c \times (V - V_0)}{m \times (1 - H)} \times 100 \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中：c——盐酸标准溶液的浓度，mol/L；

V——盐酸标准溶液的消耗体积，mL；

V_0——空白试验盐酸标准溶液的消耗体积，mL；

m——风干土样的质量，g；

H——风干土样的含水分率。

用平行测定结果的算术平均值表示，保留小数点后两位。

6.2.2 重复性

两次测定结果的允许差，当测定值在30 cmol/kg以上时，其相对相差不得大于3%；在10～30 cmol/kg时，不得大于5%；小于10 cmol/kg时，不得大于10%。

7 交换性钙和镁的测定和计算

7.1 测定步骤

7.1.1 工作曲线绘制

准确吸取钙、镁标准混合工作液(4.13)0，1，3，5 mL于4个50 mL容量瓶中，用乙酸铵溶液定容，配制成含钙0，1，3，5 μg/mL和含镁0.00，0.10，0.30，0.50 μg/mL的标准系列混合液。定容前应先加入90 g/L氯化锶溶液(4.17)5 mL，使配成的钙、镁标准系列混合液含锶3 000 mg/L。在选定工作条件的原子吸收分光光度计上，以0 μg/mL钙、镁标准混合工作液调节仪器吸光度到零点，在422.7 nm(钙)和285.2 nm(镁)波长处，由低到高浓度分别测定钙与镁的吸光度。根据测定值分别绘制钙、镁工作曲线或计算回归方程。

7.1.2 测定

吸取由测定土壤阳离子交换量得到的离心清液B数毫升(视含量而定)于50 mL容量瓶中，加90 g/L氯化锶溶液(4.17)5 mL，用乙酸铵溶液定容。然后在选定的同一工作条件的原子吸收分光光度计上，用标准系列溶液中的钙、镁浓度为零的溶液调节仪器零点后，分别测定钙、镁待测液的吸光度，由工作曲线查出或用直线回归方程计算出测定液中钙和镁的浓度。

7.1.3 另称取土样按GB 7121测定土壤水分含量。

7.2 分析结果的表述

7.2.1 计算方法和公式

土壤交换性钙(镁)以cmol/kg $\frac{1}{2}Ca^{2+}$ (Mg^{2+})表示，按烘干土重计算，由式(2)、(3)给出：

$$交换性钙(cmol/kg\ \frac{1}{2}Ca^{2+}) = \frac{c \times V \times t}{m \times M_1 \times 1\,000 \times (1-H)} \times 100 \quad \cdots\cdots(2)$$

$$交换性镁(cmol/kg\ \frac{1}{2}Mg^{2+}) = \frac{c \times V \times t}{m \times M_2 \times 1\,000 \times (1-H)} \times 100 \quad \cdots\cdots(3)$$

式中：c——由工作曲线查得测定液的钙(或镁)浓度，μg/mL；

V——测定液体积，50 mL；

t——分取倍数，$t=\frac{浸出液体积(mL)}{吸取浸出液体积(mL)}$；

m——风干土样质量，g；

H——风干土样的含水分率；

M_1——($\frac{1}{2}Ca^{2+}$)的摩尔质量，为 20.04 g/mol；

M_2——($\frac{1}{2}Mg^{2+}$)的摩尔质量，为 12.15 g/mol；

1 000——将微克换算成毫克的除数。

7.2.2 重复性

见 6.2.2。

8 交换性钾和钠的测定和计算

8.1 测定步骤

8.1.1 工作曲线绘制

准确吸取钾、钠标准混合工作液(4.16)0，1，3，5 mL 于 4 个 50 mL 容量瓶中，用乙酸铵(4.1)定容，配制成含钾和钠各为 0，1，3，5 μg/mL 的标准系列混合液。直接在选定工作条件的火焰光度计上，以 0 μg/mL 钾、钠标准混合工作液调节仪器零点，在 766.5 nm(钾)和 589.0 nm(钠)波长处，由低到高浓度分别测定其仪器显示值。根据显示值分别绘制钾、钠工作曲线或计算回归方程。

8.1.2 测定

使用由测定土壤阳离子交换量得到的离心清液 B，直接在选定的同一工作条件的火焰光度计上，用标准系列溶液中的钾、钠浓度为零的溶液调节仪器零点后，分别测定钾、钠待测液的仪器显示值。由工作曲线查出或用直线回归方程计算出测定液的钾和钠的浓度。

8.1.3 另称取土样按 GB 7121 测定土壤水分含量。

8.2 分析结果的表述

8.2.1 计算方法和公式

土壤交换性钾(钠)以 cmol/kgK^+(Na^+)表示，按烘干土重计算，由式(4)、(5)给出：

$$交换性钾(cmol/kgK^+) = \frac{c \times V}{m \times M_3 \times 1\,000 \times (1-H)} \times 100 \quad \cdots\cdots(4)$$

$$交换性钠(cmol/kgNa^+) = \frac{c \times V}{m \times M_4 \times 1\,000 \times (1-H)} \times 100 \quad \cdots\cdots(5)$$

式中：c——由工作曲线查得测定液的钾(或钠)浓度，μg/mL；

V——测定液的体积，250 mL；

m——风干土样质量，g；

H——风干土样的含水分率；

M_3——K^+的摩尔质量，为 39.1 g/mol；

M_4——Na^+的摩尔质量，为 23.0 g/mol；

1 000——将微克换算成毫克的除数。

8.2.2 重复性

见 6.2.2。

附加说明：

本标准由中华人民共和国农业部提出。

本标准由全国农业分析标准化技术委员会归口。

本标准由陕西省农科院黄土高原农业测试中心负责起草。

本标准主要起草人李鸿恩、段敏、温瑞云、关勤农。