

### 中华人民共和国农业行业标准

NY/T 1121.5-2006

## 土 壤 检 测 第 5 部分:石灰性土壤阳离子 交换量的测定

Soil Testing
Part 5: Method for determination of soil cation
exchange capacity in calcareous soil

2006-07-10 发布

2006-10-01 实施



### 前 言

NY/T 1121 《土壤检测》为系列标准,包括以下部分:
第1部分:土壤样品的采集、处理和贮存
——第2部分:土壤 pH 的测定
——第3部分:土壤机械组成的测定
第4部分:土壤容重的测定
——第5部分:石灰性土壤阳离子交换量的测定
第6部分:土壤有机质的测定
第7部分:酸性土壤有效磷的测定
第8部分:土壤有效硼的测定
第9部分:土壤有效钼的测定
——第10部分:土壤总汞的测定
第11部分:土壤总砷的测定
——第12部分:土壤总铬的测定
第13部分:土壤交换性钙和镁的测定
——第14部分:土壤有效硫的测定
第15部分:土壤有效硅的测定
——第16部分:土壤水溶性盐总量的测定
——第17部分:土壤氯离子含量的测定
第 18 部分:土壤硫酸根离子含量的测定

本部分为 NY/T 1121 的第5部分。

本部分由中华人民共和国农业部提出并归口。

本部分起草单位:全国农业技术推广服务中心、湖南省土壤肥料工作站、湖北省土壤肥料工作站、华中农业大学。

本部分主要起草人:任意、辛景树、田有国、黄铁平、鲁明星、贺立源、郑磊。

# 土 壤 检 测 第 5 部分:石灰性土壤阳离子交换量的测定

#### 1 应用范围

本部分适用于石灰性土壤阳离子交换量的测定。

#### 2 测定原理

用 0.25 mol/L 盐酸破坏碳酸盐,再以 0.05 mol/L 盐酸处理试样,使交换性盐基完全自土壤中被置换,形成氢饱和土壤,用乙醇洗净多余盐酸,加入 1 mol/L 乙酸钙溶液,使  $Ca^{2+}$  再交换出  $H^{+}$ 。所生成的乙酸用氢氧化钠标准溶液滴定,计算土壤阳离子交换量。

#### 3 主要仪器设备

- 3.1 电动离心机(3 000 r/min~5 000 r/min)
- 3.2 离心管(100 mL)
- 3.3 滴定装置

#### 4 试剂

本试验方法所用试剂和水,除特殊注明外,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。所述 溶液如未指明溶剂,均系水溶液。

#### 4.1 0.5 mol/L 乙酸钙溶液(pH8.2)

称取 88.00 g 乙酸钙(化学纯)溶于水中,稀释至 1L。吸取该溶液 50 mL,加酚酞指示剂 2 滴,用 0.02 mol/L 氢氧化钠标准溶液滴至微红色。由消耗的氢氧化钠体积,计算出每升乙酸钙溶液应加入 2 mol/L氢氧化钠的量,配成 pH8.2 的乙酸钙溶液。

#### 4.2 0.25 mol/L 盐酸溶液

吸取 21.0 mL 浓盐酸(化学纯,密度 1.19),加水稀释至 1 L。

#### 4.3 0.05 mol/L 盐酸溶液

吸取 0.25 mol/L 盐酸溶液 200 mL,加水稀释至 1 L。

#### 4.4 2 mol/L 氢氧化钠溶液

称取 40.00 g 氢氧化钠,加水溶解,稀释至 500 mL。

- 4.5 0.02 mol/L 氢氧化钠标准溶液
- 4.6 40%(V/V)乙醇溶液
- 4.7 0.5%(m/V)酚酞指示剂

称取酚酞 0.5g,溶于 50 mL 95% 乙醇,稀释至 100 mL。

#### 4.8 5%(m/V)硝酸银溶液

称取 5.00 g 硝酸银(化学纯)溶于 100 mL 水,贮于棕色瓶内。

#### 4.9 pH10 缓冲溶液

称取氯化铵(化学纯)33.75 g 溶于无  $CO_2$  水中,加新开瓶的浓氨水(化学纯,密度 0.90)285 mL,用 水稀释至 500 mL。

#### 5 分析步骤

- 1) 称取通过 2 mm 孔径筛的风干试样 5 g(精确至 0.01 g),放入 100 mL 离心管中,加 5 mL~10 mL 0.05 mol/L 盐酸溶液湿润试样,然后边搅拌边滴加 0.25 mol/L 盐酸溶液,以分解土壤中的碳酸盐和石膏(防止因局部过酸对土壤胶体的破坏),直至不再强烈发生 CO<sub>2</sub> 气泡为止。再加入足量(指分解碳酸盐和石膏而言)0.05 mol/L 盐酸溶液浸泡过夜。
- 2) 将离心管成对称地放在粗天平两盘上,加0.05 mol/L 盐酸使达平衡,对称地放入离心机,以3000 r/min~4000 r/min 转速离心 5 min,弃去清液。向离心管内加入少量0.05 mol/L 盐酸溶液,用玻棒将土样搅拌成均匀泥浆状,再加0.05 mol/L 盐酸溶液至总体积60 mL 左右,继续搅拌5 min,以少量0.05 mol/L 盐酸溶液洗净玻棒。将离心管成对称地放在粗天平上平衡后,对称地放入离心机中离心并弃去清液,如此反复处理3次~4次,直至溶液中无Ca²+为止(检验方法见注释)。
- 3) 向离心管中加入少量40%乙醇,用玻棒将土样搅拌成均匀泥浆状,再加40%乙醇溶液至总体积60 mL左右,继续搅拌,以少量40%乙醇溶液洗净玻棒。经粗天平平衡后离心,弃去清液。反复清洗试样3次~4次,直至检查无氯离子为止(检验方法见注释)。
  - 4) 向离心管中加入少量 0.5 mol/L 乙酸钙溶液,用玻璃棒将土样搅拌成均匀泥浆状,再加入 50 mL乙酸钙溶液,继续搅拌 5 min,经粗天平平衡后放入离心机中离心 5 min,将离心液小心移 入 250 mL 容量瓶中。如此反复操作 4 次,最后以 0.5 mol/L 乙酸钙溶液稀释至刻度,待测。
  - 5) 吸取待测液 100 mL 于 250 mL 三角瓶中,加酚酞指示剂 3 滴~4 滴,以 0.02 mol/L 氢氧化钠标准溶液滴定溶液至浅红色,同时做空白试验。

#### 6 结果计算

土壤阳离子交换量,
$$cmol/kg(+) = \frac{c \times (V - V_0) \times D}{m \times 10} \times 1000 \cdots$$
 (1)

式中:

c ——氢氧化钠标准溶液浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V——样品滴定用去氢氧化钠标准溶液体积,单位为毫升(mL);

 $V_0$ ——空白滴定用去氢氧化钠标准溶液体积,单位为毫升(mL);

m──风干试样质量,单位为克(g);

D ——分取倍数,250/100=2.5;

10 ——将 mmol 换算成 cmol 的倍数;

1 000——换算成每千克中的 cmol。

#### 7 精密度

表 1 阳离子交换量平行测定结果允许差

測定值, cmol/kg	允许绝对相差, cmol/kg
>50	€5.0
50~30	2.5~1.5
30~10	1.5~0.5 HARRING OF HO
<10	€0.5

#### 8 注释

- 1) 在已知土壤碳酸盐含量的情况下,可以定量地加入盐酸破坏它。如碳酸盐含量过高,可先用 0.05 mol/L 盐酸溶液湿润土壤后,将盐酸浓度提高到 0.5 mol/L~1 mol/L,边加边充分搅拌, 以防止因局部过酸而破坏了土壤胶体。
- 2) 检验溶液中有无钙离子的方法:取澄清液 20 mL 左右,放入三角瓶中,加 pH10 缓冲溶液 3.5 mL,摇匀,再加数滴钙镁指示剂混合,如呈蓝色,表示无钙离子,如呈紫红色,表示有钙离 子存在。
- 3) 以氢氧化钠标准溶液滴定酸性交换液时,其终点应以空白试验的颜色为参考标准,加入酚酞的量应一致,以减少滴定误差。