

DB33

浙江省地方标准

DB 33/T XXXXX—XXXX

土壤阳离子交换量的测定

Determination of cation exchange capacity in soil

(报批稿)

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

浙江省质量技术监督局

发布

前 言

本标准按GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本标准由浙江省农业厅提出。

本标准由浙江省种植业标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：浙江省土壤与肥料检测中心、富阳市农技推广中心土肥站、杭州市余杭区农产品质量安全检验检测站。

本标准主要起草人：季天委、戴学龙、高素珍、颜军、刘俊红、邵赛男、韩海林、沈月。

本标准首次发布。

土壤阳离子交换量的测定

1 范围

本标准规定了土壤阳离子交换量的测定方法。

本标准适用于土壤阳离子交换量的测定。

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，仅所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 6682-2008 分析实验室用水规格和试验方法

NY/T 1121.1 土壤检测 第1部分：土壤样品的采集、处理和贮存

NY/T 1121.2 土壤检测 第2部分：土壤pH的测定

3 方法提要

用乙二胺四乙酸二钠与乙酸铵混合液作为交换提取剂，在适宜的pH条件下（酸性、中性土壤 pH 7.0，石灰性土壤 pH 8.5），混合液中的 NH_4^+ 与土壤交换性阳离子交换，使土壤成为 NH_4^+ 饱和土，用乙醇洗去多余的铵盐，用蒸馏水将土壤洗入定氮仪的消化管内，加固体氧化镁蒸馏，蒸馏出的氨用硼酸溶液吸收，然后用盐酸标准溶液滴定，求出土壤阳离子交换量含量。

4 试剂和溶液

4.1 所有试剂除注明者外，均为分析纯。分析用水应符合 GB/T 6682-2008 中至少三级水的规格要求。实验中所需标准滴定溶液、制剂及制品，在没有注明其它要求时均按 GB/T 601、GB/T 603 的规定制备。

4.2 盐酸（ $\rho = 1.19 \text{ g/mL}$ ）。

4.3 氨水。

4.4 乙酸。

4.5 95%乙醇。

4.6 氧化镁。

4.7 氨水溶液（1+1）：氨水和水以 1:1 的体积比配制。

4.8 乙酸溶液（1+3）：乙酸和水以 1:3 的体积比配制。

4.9 0.005 mol/L 乙二胺四乙酸二钠与 1 mol/L 的乙酸铵混合液：称取 1.861 g 乙二胺四乙酸二钠（ $\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{O}_8\text{N}_2\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ）和 77.09 g 乙酸铵，加水溶解后稀释至 900 mL，以氨水溶液（4.6）和乙酸溶液（4.7）调节 pH 至 7.0（用于酸性和中性土壤的提取）或 pH 至 8.5（用于石灰性土壤的提取），用蒸馏水定容至 1L。

- 4.10 硼酸溶液[$\rho(\text{H}_3\text{BO}_3) = 20 \text{ g/L}$]: 称取 20.00 g 硼酸溶于 950 mL 60 °C 的水中, 冷却至室温后, 用蒸馏水定容至 1 L。
- 4.11 盐酸标准滴定溶液[$c(\text{HCl}) = 0.05 \text{ mol/L}$]。
- 4.12 甲基红 - 溴甲酚绿混合指示剂: 将 0.1 g 甲基红和 0.5 g 溴甲酚绿于研钵中, 加少量 95%乙醇(4.4) 研磨至指示剂全溶为止, 用 95%乙醇(4.4) 定容至 100 mL。

5 仪器设备

- 5.1 定氮仪及配套消化管。
- 5.2 天平: 感量 0.01 g、感量 0.0001 g。
- 5.3 离心机: 转速 4000r/min~5000 r/min。
- 5.4 离心管: 100 mL。
- 5.5 酸度计。
- 5.6 一端带橡胶头玻璃棒。

6 分析步骤

6.1 实验室样品制备

按NY/T 1121.1的规定制备实验室样品。

6.2 试样 pH 的测定

按NY/T 1121.2的规定进行。

6.3 铵离子饱和土的制备

6.3.1 称取通过 2 mm 筛孔风干试样 2 g (精确至 0.01g), 放入 100 mL 离心管中, 加入少量乙二胺四乙酸二钠-乙酸铵混合液(4.8), 用橡胶头玻璃棒搅拌样品, 使成均匀泥浆状, 再加乙二胺四乙酸二钠-乙酸铵混合液(4.8) 至 70 mL, 搅拌 1 min, 然后用乙二胺四乙酸二钠-乙酸铵混合液(4.8) 洗净橡胶头玻璃棒, 溶液收入离心管内。

6.3.2 用天平(感量 0.01 g) 称量离心管质量, 用乙二胺四乙酸二钠-乙酸铵混合液(4.8) 调节离心管质量平衡, 并对称地放入离心机中, 以 4000 r/min 转速离心 5 min, 弃去离心管中清液。

6.3.3 向载有样品的离心管中加入少量 95%乙醇(4.4), 用橡胶头玻璃棒充分搅拌, 使土样成均匀泥浆状, 再加 95%乙醇(4.4) 至 60 mL, 用橡胶头玻璃棒搅匀即可。用天平(感量 0.01 g) 称量离心管质量, 用 95%乙醇(4.4) 调节离心管质量平衡, 并对称地放入离心机中, 以 4000 r/min 转速离心 5 min, 弃去乙醇清液, 如此反复 3 次。

6.3.4 向管内加入少量水, 用橡胶头玻璃棒将铵离子饱和土搅拌成糊状, 并无损洗入消化管内, 洗入体积控制在 60 mL。在蒸馏前向消化管内加入 1 g 氧化镁(4.5), 立即将消化管置于定氮仪上(蒸馏前先按仪器使用说明书检查定氮仪, 空蒸洗净管道)。

6.3.5 向盛有 25 mL 20 g/L 硼酸溶液(4.9)的三角瓶内加入 2 滴甲基红 - 溴甲酚绿混合指示剂(4.11), 将三角瓶置于冷凝器的承接管下, 管口插入硼酸溶液中, 开始蒸馏。蒸馏 4 min, 当馏出液体积达 150 mL, 将三角瓶取下, 用少量蒸馏水冲洗承接管的末端, 洗液收入三角瓶内, 以盐酸标准滴定溶液(4.10) 滴定至溶液呈微红色, 并记录盐酸标准滴定溶液用量, 同时做空白试验。

7 分析结果的表述

土壤阳离子交换含量计算公式如下：

$$\omega = \frac{c \times (V - V_0)}{m \times 10} \times 1000$$

式中：

ω ——土壤阳离子交换量含量，单位为 $\text{cmol} (+) / \text{kg}$ ；

c ——盐酸标准滴定溶液浓度，单位为摩尔每升（ mol/L ）；

V ——滴定试样溶液所消耗的盐酸标准滴定溶液体积，单位为毫升（ mL ）；

V_0 ——滴定空白溶液所消耗的盐酸标准滴定溶液体积，单位为毫升（ mL ）；

m ——风干试样质量，单位为克（ g ）；

平行测定结果，用算术平均值表示，保留小数点后一位。

8 允许差

实验室内平行测定结果的绝对差值应符合表 1 的要求。

表1 土壤阳离子交换量平行测定结果的允许绝对差值

土壤阳离子交换量， $\text{cmol} (+) / \text{kg}$	允许绝对差值， $\text{cmol} (+) / \text{kg}$
$\omega > 50$	≤ 5.0
$30 < \omega \leq 50$	≤ 2.5
$10 \leq \omega \leq 30$	≤ 1.5
$\omega < 10$	≤ 0.5