

NY

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



中华人民共和国农业部 发布

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($3\,000\text{ r/min}\sim 5\,000\text{ r/min}$)

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0.5 g，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 CO₂ 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 3 000 r/min~4 000 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

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

测定值, 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
<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。