

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 1615—2008

石灰性土壤交换性盐基及 盐基总量的测定

Determination of exchangeable bases and total exchangeable bases
in calcareous soil

2008-05-16 发布

2008-07-01 实施



中华人民共和国农业部 发布

前 言

本标准由中华人民共和国农业部种植业管理司提出并归口。

本标准起草单位：银川土壤肥料测试中心。

本标准主要起草人：李素棉、潘庆华、王全祥、高建伟、陈惠娟、金国柱、郑冰、吴秀玲。

石灰性土壤交换性盐基及盐基总量的测定

1 范围

本标准规定了以 pH 8.5 氯化铵—乙醇溶液作交换液,原子吸收分光光度计测定土壤交换性钙、镁,火焰光度计测定土壤交换性钾、钠含量的方法。

本标准适用于石灰性土壤交换性盐基及盐基总量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

石灰性土壤 calcareous soil

土表至 50 cm 范围内所有亚层中 CaCO_3 相当物均 $\geq 10 \text{ g/kg}$ 的土壤。

3.2

交换性盐基 exchangeable bases

土壤胶体吸附的碱金属离子和碱土金属离子(K^+ 、 Na^+ 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+})。

4 原理

石灰性土壤中钾、钠、钙、镁除了以水溶盐形态存在外,还有一部分被土壤胶体吸附,同时还有大量的游离碳酸钙、碳酸镁等难溶盐。采用乙醇溶液 [$\varphi(\text{C}_2\text{H}_5\text{OH})=70\%$] 洗去土壤中易溶的氯化物和硫酸盐,然后用 pH 8.5 的氯化铵 [$c(\text{NH}_4\text{Cl})=0.1 \text{ mol/L}$]—乙醇溶液 [$\varphi(\text{C}_2\text{H}_5\text{OH})=70\%$] 进行交换处理,交换出土壤胶体吸附的钾、钠、钙、镁。较低浓度的氯化铵交换剂可减低其盐效应作用,较高的 pH 值和较高的乙醇浓度可抑制难溶碳酸盐及石膏的溶解。

在原子吸收分光光度计上测定交换液中钙、镁的含量,在火焰光度计上测定交换液中钾、钠的含量。交换性钾、钠、钙、镁的总和即为交换性盐基总量。

5 试剂

本标准所用试剂,在未注明其他要求时,均指符合国家标准的分析纯试剂;本标准所述溶液如未指明溶剂,均系水溶液;本标准用水应符合 GB/T 6682 中二级水之规定。

5.1 乙醇溶液, $\varphi(\text{C}_2\text{H}_5\text{OH})=70\%$:量取 737 mL 乙醇溶液 [$\varphi(\text{C}_2\text{H}_5\text{OH})=95\%$],用水稀释至 1 000 mL。

5.2 氯化铵—乙醇交换液,其成分为氯化铵 [$c(\text{NH}_4\text{Cl})=0.1 \text{ mol/L}$]—乙醇溶液(4.1),pH 8.5:称取 5.35 g 氯化铵(NH_4Cl)溶于 950 mL 乙醇溶液(4.1)中,以氨水溶液(1+1)或盐酸溶液(1+1)调节 pH 至 8.5,再用乙醇溶液(4.1)稀释至 1 000 mL。

- 5.3 钙标准溶液, $\rho(\text{Ca})=1\,000\text{ mg/L}$:称取 2.497 3 g 经 110℃ 烘 4 h 的碳酸钙(CaCO_3 , 优级纯)于 50 mL 烧杯中,加水 10 mL,边搅拌边滴加盐酸溶液(1+1)直至碳酸钙全部溶解。加热逐去二氧化碳,冷却后转入 100 mL 容量瓶,用水定容到刻度。
- 5.4 镁标准贮备液, $\rho(\text{Mg})=1\,000\text{ mg/L}$:称取 1.000 g 金属镁(光谱纯),加盐酸(优级纯)溶液(1+3)溶解,用水定容至 1 000 mL,摇匀。
- 5.5 镁标准溶液, $\rho(\text{Mg})=100\text{ mg/L}$:吸取 10 mL 镁标准贮备液(4.4)于 100 mL 容量瓶中,用水定容至刻度,摇匀。
- 5.6 钾标准贮备液, $\rho(\text{K})=1\,000\text{ mg/L}$:称取 1.906 9 g 经 150℃ 烘 2 h 的基准氯化钾(KCl , 优级纯)溶于水,定容至 1 000 mL,贮于塑料瓶中。
- 5.7 钾标准溶液, $\rho(\text{K})=100\text{ mg/L}$:吸取 10 mL 钾标准贮备液(4.6)于 100 mL 容量瓶中,用水定容至刻度,摇匀,贮于塑料瓶中。
- 5.8 钠标准贮备液, $\rho(\text{Na})=100\text{ mg/L}$:称取 2.542 2 g 经 150℃ 烘 2 h 的基准氯化钠(NaCl , 优级纯)溶于水,定容至 1 000 mL,贮于塑料瓶中。
- 5.9 钠标准溶液, $\rho(\text{Na})=100\text{ mg/L}$:吸取 10 mL 钠标准贮备液(4.8)于 100 mL 容量瓶中,用水定容至刻度,摇匀,贮于塑料瓶中。
- 5.10 硝酸银溶液, $\rho(\text{AgNO}_3)=50\text{ g/L}$:称取 5.00 g 硝酸银(AgNO_3)溶于 100 mL 水,贮于棕色瓶中。
- 5.11 氯化钡溶液, $\rho(\text{BaCl}_2)=100\text{ g/L}$:称取 10.00 g 氯化钡(BaCl_2)溶于 100 mL 水中。

6 仪器

- 6.1 往复式振荡机:振荡频率满足 150 r/min~180 r/min。
- 6.2 原子吸收分光光度计。
- 6.3 火焰光度计。

7 分析步骤

7.1 称取通过 2 mm 孔径筛的风干试样 5 g(精确到 0.01 g),放入 250 mL 三角瓶中,加入 50 mL 乙醇溶液(4.1),以 150 r/min~180 r/min 的振荡频率振荡 30 min 后,静置过夜。

将土壤转移至放有滤纸的漏斗中,用乙醇溶液(4.1)30 mL 淋洗,待淋洗液滤干,再加入 30 mL 乙醇溶液(4.1)继续淋洗,重复数次,至无 Cl^- 和 SO_4^{2-} 反应为止。

取出滤纸及土壤,立刻置于 250 mL 三角瓶中,加 100 mL 交换液(4.2),以 150 r/min~180 r/min 的振荡频率振荡 30 min 后,过滤到 250 mL 容量瓶中。用交换液(4.2)继续淋洗,方法同上,直至定容刻度,摇匀待测。同时做空白试验。

7.2 测定

7.2.1 标准工作曲线的绘制:按表 1 所示,配制标准溶液系列。吸取一定量的钙、镁、钾、钠标准溶液(4.3、4.5、4.7、4.9),分别置于一组 100 mL 容量瓶中,用交换液(4.2)定容至刻度,摇匀。

① 将滤液 1 mL 承接于小试管中,加硝酸银溶液(4.10)数滴,如无白色沉淀产生,表示 Cl^- 已洗净。再加一滴盐酸溶液(1+1)和几滴氯化钡溶液(4.11),摇匀。5 min 后观察,如无浑浊出现,表示 SO_4^{2-} 已洗净。

表 1 钙、镁、钾、钠标准溶液系列

序号	Ca		Mg		K		Na	
	加入标准 溶液体积 mL	相应浓度 mg/L	加入标准 溶液体积 mL	相应浓度 mg/L	加入标准 溶液体积 mL	相应浓度 mg/L	加入标准 溶液体积 mL	相应浓度 mg/L
1	0	0	0	0	0	0	0	0
2	0.50	5.0	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00
3	1.00	10.0	4.00	4.00	4.00	4.00	4.00	4.00
4	2.00	20.0	6.00	6.00	6.00	6.00	6.00	6.00
5	3.00	30.0	8.00	8.00	8.00	8.00	8.00	8.00
6	4.00	40.0	10.00	10.00	10.00	10.00	10.00	10.00

注：标准溶液系列的配制可根据试样中待测元素含量的多少和仪器灵敏度高低适当调整。

7.2.2 样品测定：以交换液(4.2)校正仪器零点，在原子吸收分光光度计上测定钙、镁，火焰光度计上测定钾、钠。以浓度为横坐标，吸光度为纵坐标，分别绘制钙、镁、钾、钠的标准工作曲线或求回归方程。

8 结果计算

土壤交换性盐基钙(Ca^{2+})、镁(Mg^{2+})、钾(K^{+})、钠(Na^{+})及盐基总量以质量摩尔分数 S 计，数值以厘摩尔每千克(cmol/kg)表示，按下列公式计算：

$$S(1/2\text{Ca}^{2+}) = \frac{\rho(\text{Ca}) \cdot V \cdot ts}{m \times 20.04 \times 10} \quad (1)$$

$$S(1/2\text{Mg}^{2+}) = \frac{\rho(\text{Mg}) \cdot V \cdot ts}{m \times 12.16 \times 10} \quad (2)$$

$$S(\text{K}^{+}) = \frac{\rho(\text{K}) \cdot V \cdot ts}{m \times 39.10 \times 10} \quad (3)$$

$$S(\text{Na}^{+}) = \frac{\rho(\text{Na}) \cdot V \cdot ts}{m \times 22.99 \times 10} \quad (4)$$

$$S = S(1/2\text{Ca}^{2+}) + S(1/2\text{Mg}^{2+}) + S(\text{K}^{+}) + S(\text{Na}^{+}) \quad (5)$$

式中：

$\rho(\text{Ca})$ 、 $\rho(\text{Mg})$ 、 $\rho(\text{K})$ 、 $\rho(\text{Na})$ ——分别为查标准工作曲线或求回归方程而得待测液中钙、镁、钾、钠的浓度数值，单位为毫克每升(mg/L)；

V ——待测液定容体积的数值，单位为毫升(mL)；

m ——称取试样的质量的数值，单位为克(g)；

20.04、12.16、39.10、22.99——分别为钙($1/2\text{Ca}^{2+}$)、镁($1/2\text{Mg}^{2+}$)、钾(K^{+})、钠(Na^{+})的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)；

ts ——稀释倍数；

10——毫摩尔每千克换算为厘摩尔每千克的换算系数。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，计算结果表示到小数点后两位，最多不超过三位有效数字。

9 允许差

交换性钙和钠的平行测定结果的相对相差不大于 10%，不同实验室测定结果的相对相差不大于 25%。

交换性镁和钾的平行测定结果的相对相差不大于 10%，不同实验室测定结果的相对相差不大于

20%。

交换性盐基总量的平行测定结果的相对相差不大于 10%，不同实验室测定结果的相对相差不大于 25%。
