

团体标准

T/ NAIA XXX-XXXX

石灰性土壤阳离子交换量的测定

Method for determination of soil cation exchange capacity in calcareous soil

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

宁夏化学分析测试协会 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1-2020 《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件由宁夏化学分析测试协会提出并归口。

本文件起草单位：宁夏中科精科检测技术有限公司、宁夏农业勘查设计院、宁夏化学分析测试协会。

本文件主要起草人：。

本文件为首次发布。

石灰性土壤阳离子交换量的测定

1 范围

本文件适用于适用于石灰性土壤阳离子的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用本文件；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 标准滴定溶液的配制

GB/T 603 实验方法中所用试剂及制品的制备

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文件。

土壤阳离子交换量（CEC）：是指土壤所能吸附和交换的阳离子总量。

4 原理

先用 0.5 mol/L 盐酸溶液的盐酸分解土壤中的碳酸钙和石膏，再用 0.25 mol/L 盐酸溶液对土壤样品进行淋洗的方法使土壤中的交换性盐基置换为氢饱和土壤，再用水淋洗干净氯离子，将淋洗干净的土壤样品加入 1 mol/L 乙酸钙溶液，使钙离子再交换出氢离子，所生成的乙酸用氢氧化钠标准溶液滴定，即可计算出土壤阳离子交换量。

5 试剂与材料

除非另有规定外，所有试剂均为分析纯，水符合GB/T 6682中规定的三级水。

5.1 盐酸（HCl）： $\rho=1.19$ g/mL。

5.2 0.5 mol/L 盐酸溶液：吸取 42.0 mL 盐酸（5.1），加水稀释至 1 L。

5.3 0.25 mol/L 盐酸溶液：吸取 21.0 mL 盐酸（5.1），加水稀释至 1 L。

5.4 0.5 mol/L 乙酸钙溶液（pH 8.2）：称取 88.00 g 乙酸钙溶于水中，加水定容至 1 L，准确吸取该溶液 50.0 mL，加酚酞指示剂 2 滴，用 0.02 mol/L 氢氧化钠标准溶液（5.5）滴至微红色。由消耗的氢氧化钠体积，计算出在乙酸钙溶液应加入的 1 mol/L 氢氧化钠（5.4）的量，配制成 pH 为 8.2 的乙酸钙溶液。

5.5 氢氧化钠饱和溶液：称取 110g 氢氧化钠，溶于 100mL 无 CO₂ 水中，摇匀，注入聚乙烯容器中，密闭放置至溶液清亮。

5.6 1 mol/L 氢氧化钠标准溶液：量取氢氧化钠饱和溶液（5.3）54 mL，用无 CO₂ 水稀释定

容至 1 L，贮于聚乙烯瓶中。根据 GB/T 601 对该浓度氢氧化钠溶液进行标定。

5.7 0.02 mol/L 氢氧化钠标准溶液：用 20 mL 单标移液管吸取 1 mol/L 氢氧化钠标准溶液（5.4），用无 CO₂ 水稀释定容至 1 L。

5.8 0.5% (m/V) 酚酞指示剂：称取 0.5 g 酚酞溶于 50 mL 95 %乙醇，水稀释至 100 mL。

5.9 5% (m/V) 硝酸银溶液：称取 5.00 g 硝酸银溶于 100 mL 水，贮于棕色瓶中。

5.11 钙红指示剂：0.5 g 钙指示剂[2-羟基-1(2-羟基-4-磺酸-1-萘偶氮基)-3-萘甲酸]，与 50 g 烘干的氯化钠共研为极细。处于密封瓶中，用毕塞紧。

6 仪器与设备

6.1 电子天平：感量 0.01g。

6.2 酸式滴定管：50 mL。

6.3 震荡箱：150~180 r/min。

6.4 定性滤纸：Φ 18 cm。

7 分析步骤

称取通过 2 mm 孔径筛风干土壤试样 5.00 g 于 250 mL 锥形瓶中，分几次加入总体积 50 mL 的 0.5 mol/L 的盐酸溶液（5.2），同时不断摇动，直至不再产生大量 CO₂ 气体为止。以 150 r/min~180 r/min 的震荡频率震荡 30min 后，用保鲜膜封住瓶口，静置过夜。

将上述混合物完全转移至放有滤纸（6.4）的漏斗中，用 0.25 mol/L 盐酸溶液（5.3）淋洗，待淋洗液滤尽，再加入 0.25 mol/L 盐酸溶液（5.3）继续淋洗，如此重复处理四、五次，淋洗过程中需检查钙离子，取过滤液约 2~3 mL 加两滴氢氧化钠溶液（5.6），摇匀后再加少量钙红指示剂（5.11）检查溶液中钙离子（如呈蓝色，表示无钙离子；如呈紫红色，表示有钙离子存在，需要继续淋洗。）。若淋洗四、五次后，淋出液中的钙离子仍没有洗净，可用水淋洗一到两次，再进行测试。同时用硝酸银溶液测试滤液中是否有氯离子（若有氯离子，加入硝酸银溶液会产生白色沉淀），直到用水淋洗至淋出液中无氯离子为止，弃去淋出液。

将盛有淋洗好试样的滤纸取出、折好，放入 250ml 锥形瓶中，加 50ml 0.5mol/L 的乙酸钙溶液（5.4），用玻璃棒将锥形瓶中的土壤样品和滤纸搅拌成泥糊状，以 150 r/min~180 r/min 的振荡频率振荡 30 分钟，将振荡后所有液体和泥状物均倒入放有滤纸（6.4）的漏斗中，将过滤液收集到 250 ml 容量瓶中，用 0.5 mol/L 的乙酸钙溶液（5.4）多次淋洗泥状物，直至过滤液接近刻度，定容，摇匀待测。

分取待测液 100mL 于 200mL 锥形瓶中，加酚酞指示剂（5.8）2 到 3 滴，以标定好的 0.02mol/L 的氢氧化钠标准溶液滴定溶液至浅红色。记下滴定体积，同时做空白实验。

8 结果计算

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

式中：

c ——氢氧化钠标准溶液浓度, mol/L;
 V ——样品滴定用去氢氧化钠标准溶液体积, mL;
 V_0 ——空白滴定用去氢氧化钠标准溶液体积, mL;
 m ——风干试样的质量, g;
 D ——分取倍数, $250/100=2.5$;
10——将 mmol 换算成 cmol 的倍数;
1000——换算成每千克的倍数。

结果保留小数点后 1 位。

9 精密度

两次平行测定相对偏差小于等于 5%。

10 注释

以氢氧化钠滴定交换性酸液时, 终点以空白实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。
