

**F-HZ-DZ-TR-0030**

土壤—阳离子交换量的测定—氯化铵-乙酸铵交换法

1 范围

本方法适用于石灰性土壤阳离子交换量的测定。

2 原理

土壤试样先用氯化铵溶液加热处理，溶解土样中的碳酸钙，对土样吸收复合体无破坏作用，反应式为：



然后再用中性乙酸铵溶液反复处理土样，使土样成为铵饱和的土，再用乙醇洗去多余的乙酸铵后，用水将土样洗入凯氏瓶中，蒸馏出的氨用硼酸溶液吸收，然后用盐酸标准溶液滴定，根据铵的量计算土壤阳离子交换量。

3 试剂

3.1 氯化铵溶液：称取 53.5g 氯化铵，溶于水中，加水稀释至 1000mL。

3.2 乙酸铵溶液：1mol/L，称取 77.09g 乙酸铵，用水溶解，加水稀释至近 1000mL，用氢氧化铵（1+1）或稀乙酸调节至 pH7.0，然后加水稀释至 1000mL。

3.3 乙醇（950mL/L）。

3.4 液体石蜡。

3.5 甲基红-溴甲酚绿混合指示剂：称取 0.099g 溴甲酚绿和 0.066g 甲基红置于玛瑙研钵中，加少量乙醇（950mL/L），研磨至指示剂完全溶解为止，最后加乙醇（950mL/L）至 100mL。

3.6 硼酸指示剂溶液：称取 20g 硼酸，溶于 1000mL 水中。每 1000mL 硼酸溶液中加入 20mL 甲基红-溴甲酚绿混合指示剂，并用稀酸或稀碱溶液调节至紫红色（葡萄酒色），此时溶液的 pH 为 4.5。

3.7 盐酸标准溶液：0.05mol/L，每 1000mL 水中加入 4.5mL 盐酸（ $\rho$  1.19g/mL），混匀。

标定：称取 2.3825g 硼砂（ $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ），精确至 0.0001g，加水溶解后稀释至 250mL，得 0.0500mol/L 硼砂标准溶液。吸取 25.00mL 硼砂标准溶液置于 250mL 锥形瓶中，加 2 滴甲基红-溴甲酚绿混合指示剂，用盐酸标准溶液滴定至溶液呈酒红色为终点。同时做空白试验。盐酸标准溶液的浓度按下式计算：

$$C = \frac{C_1 \times V_1}{V_2 - V_0}$$

式中：

C——盐酸标准溶液浓度，mol/L；

C<sub>1</sub>——硼砂标准溶液浓度，mol/L；

V<sub>1</sub>——硼砂标准溶液体积，mL；

V<sub>2</sub>——盐酸标准溶液用量，mL；

V<sub>0</sub>——空白试验消耗盐酸标准溶液体积，mL。

3.8 缓冲溶液：称取 67.5g 氯化铵，溶于无二氧化碳水中，加入新开瓶的氢氧化铵（ $\rho$  0.90g/mL）570mL，用无二氧化碳水稀释至 1000mL，贮于塑料瓶中，并注意防止吸入空气中的二氧化碳，缓冲溶液 pH10。

3.9 酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 混合指示剂：称取 0.5g 酸性铬蓝 K 和 1.0g 萘酚绿 B，与 100g 于 105℃烘过的氯化钠相互研细磨匀，贮于棕色瓶中。

3.10 氧化镁：将固体氧化镁在 500℃~600℃高温炉中灼烧 30min，冷却后贮存在密闭的玻璃瓶中。

3.11 纳氏试剂：称取 134g 氢氧化钾，溶于 460mL 水中。称取 20g 碘化钾，溶于 50mL 水中，加入 3g 碘化汞，使其溶解至饱和状态。然后将两溶液合并即成。

注：标定用硼砂必须保存于相对湿度 60%~70%的空气中，以确保硼砂含有 10 个化合水。通常可在干燥器的底部放置氯化钠和蔗糖的饱和溶液（有两者的固体存在），此时干燥器中空气的相对湿度即为 60%~70%。

#### 4 仪器

4.1 电动离心机，转速 3000r/min~4000r/min。

4.2 离心管，100mL。

4.3 凯氏瓶，150mL。

4.4 蒸馏装置（图 1）。

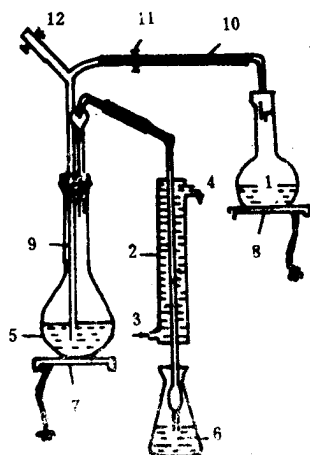


图 1 蒸馏装置图

1—蒸气发生器；2—冷凝系统；3—冷凝水进口；4—冷凝水出口；5—凯氏瓶；6—吸收瓶；7、8—电炉；9—Y形管；10—橡皮管；11—螺丝夹；12—弹簧夹

#### 5 操作步骤

5.1 称取通过 2mm 筛孔的风干土样 5.00g（精确至 0.01g），置于 200 mL 烧杯中，加入 50mL 氯化铵溶液，盖上表面皿，低温加热煮沸，直到无氨味为止（如烧杯内剩余溶液较少而仍有氨味时，则补加氯化铵溶液继续煮沸），烧杯中的土样用氯化铵溶液洗入 100mL 离心管中。

5.2 将离心管成对放在架盘天平的两盘上，用氯化铵溶液使之质量平衡。平衡好的离心管对称地放入离心机中，离心 3min~5min，转速 3000r/min~4000r/min，弃去离心管中的清液。反复处理 3 次~5 次。

5.3 向盛土的离心管中加入少量乙醇（950mL/L），用橡皮头玻璃棒搅拌土样，使其成为泥浆状态。再加入乙醇（950mL/L）至总体积约 60mL，并充分搅拌均匀，以便洗去土粒表面多余的乙酸铵溶液，切不可有小土团存在。然后将离心管成对放在架盘天平的两盘上，用乙醇（950mL/L）使之质量平衡。平衡好的离心管对称地放入离心机中，离心 3min~5min，转速 3000r/min~4000r/min，弃去乙醇溶液。如此反复用乙醇（950mL/L）洗涤 3 次~4 次，直至最后一次乙醇溶液中无铵离子

为止（用纳氏试剂检查无黄色反应）。

5.4 洗净多余的铵离子后，用水冲洗离心管的外壁，向离心管内加入少量水，并搅拌成糊状，用水将泥浆洗入 150mL 凯氏瓶中，并用橡皮头玻璃棒擦洗离心管的内壁，使全部土样转入凯氏瓶内，洗涤水的体积应控制在 50mL~80mL。蒸馏前向凯氏瓶内加 2mL 液体石蜡和 1g 氧化镁，立即将凯氏瓶安放在蒸馏装置上。

5.5 将盛有 25mL 硼酸指示剂溶液的 250mL 锥形瓶，用缓冲管连接在冷凝管的下端。打开螺丝夹，通入蒸气（蒸气发生器内的水要先加热至沸），随后摇动凯氏瓶内的溶液使其混合均匀。开启凯氏瓶下的电炉，接通冷凝系统的流水。用螺丝夹调节蒸气流速，使流速保持一致，蒸馏约 20min，待馏出液约达到 80mL 后，用纳氏试剂检查蒸馏是否完全（纳氏试剂无黄色反应）。

5.6 将缓冲管连同锥形瓶内的吸收液一起取下，用水冲洗缓冲管的内外壁（洗液洗入锥形瓶内）。然后加入 2 滴甲基红-溴甲酚绿混合指示剂，用盐酸标准溶液滴定至溶液呈酒红色为终点。同时做空白试验。

#### 6 结果计算

按下式计算土壤阳离子交换量：

$$CEC = \frac{C \times (V - V_0)}{m \times K \times 10} \times 1000$$

式中：

$CEC$ ——阳离子交换量,  $c \text{ mol/kg}$ ;  
 $C$ ——盐酸标准溶液浓度,  $\text{mol/L}$ ;  
 $V$ ——盐酸标准溶液用量,  $\text{mL}$ ;  
 $V_0$ ——空白试验盐酸标准溶液用量,  $\text{mL}$ ;  
 $m$ ——风干土样质量,  $\text{g}$ ;  
 $K$ ——风干土样换算成烘干土样的水分换算系数;  
 $10$ —— $m \text{ mol}$  换算成  $c \text{ mol}$  倍数。

#### 7 允许差

样品进行两份平行测定, 取其算术平均值, 取一位小数。两份平行测定结果允许差按表 1 规定。

表 1 阳离子交换量测定允许差

阳离子交换量 $c \text{ mol/kg}$	允许差 $c \text{ mol/kg}$
>30	>1.5
10~30	0.5~1.5
<10	<0.5

#### 8 参考文献

- [1] LY/T1243-1999. 森林土壤阳离子交换量的测定。  
 [2] 鲁如坤. 土壤农业化学分析方法. 北京: 中国农业科技出版社. 1999, 27.