

中 华 人 民 共 和 国 林 业 行 业 标 准

LY/T 1243—1999

森林土壤阳离子交换量的测定

Determination of cation exchange capacity in forest soil

1999 - 07 - 15 发布

1999 - 11 - 01 实施

国家林业局 发布

前 言

本标准是对GB/T 7863-1987《森林土壤阳离子交换量的测定》的修订。在修订中，对不符合国家法定计量单位标准的单位、不符合全国科学名词审定委员会公布的土壤学名词的名词予以修改；在编写上，按GB/T 1.1-1993的要求执行。

土壤阳离子交换量常用的测定方法包括：酸性和中性土壤采用乙酸铵交换法，石灰性土壤可试用氯化铵-乙酸铵交换法。乙酸铵交换法测定土壤交换量的优点是：乙酸铵与盐基不饱和土壤作用时，释放出来的是弱酸，不致破坏土壤吸收复合体，乙酸铵的缓冲性强，先后交换出来的溶液的pH值几乎不变，如需测定溶液中的交换性阳离子组成时，多余的乙酸铵也容易被灼烧分解，因此此法目前国内外均普遍应用。乙酸铵交换法的缺点是：如土壤中的某些粘土矿物(蛭石或黑云母等)吸附铵离子的能力特别强，很难被蒸馏出来，此外乙酸铵能与部分腐殖质形成溶胶而被淋洗，使测定结果偏低，但对某些富含铁、铝的土壤，又因土壤胶体吸附过量的铵离子，不易被乙醇洗去，使测定结果略偏高。氯化铵-乙酸铵交换法是目前石灰性土壤阳离子交换量测定的较好的方法，测定结果准确、稳定、重现性好，用氯化铵去除样品中的碳酸钙是本法的特点，它不会破坏粘土矿物，并有较快的分析速度，但它也有同乙铵交换法相似的缺点。

自本标准实施之日起，原GB/T 7863-1987作废。

本标准由中国林业科学研究院林业研究所归口。

本标准起草单位：中国林业科学研究院林业研究所森林土壤研究室。

本标准主要起草人：张万儒、杨光滢、屠星南、张萍。

森林土壤阳离子交换量的测定

1 范围

本标准规定了采用乙酸铵交换法和氯化铵-乙酸铵交换法测定森林土壤阳离子交换量的方法。
本标准适用于森林土壤阳离子交换量的测定。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成本标准的条文。 本标准出版时，所示版本均为有效。 所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

LY/T 1245-1999 森林土壤交换性钙和镁的测定

3 1mol/L 乙酸铵交换法

3.1 方法要点

用1mol/L乙酸铵溶液(pH7.0)反复处理土壤，使土壤成为 NH_4^+ 饱和土。用乙醇洗去多余的乙酸铵后，用水将土壤洗入凯氏瓶中，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。根据NH的量计算阳离子交换量。本方法适用于酸性与中性森林土壤中阳离子交换的测定。

3.2 试剂

3.2.1 1 mol/L 乙酸铵溶液(pH7.0): 77.09 g 乙酸铵($\text{CH}_3\text{COONH}_4$ ，化学纯)用水溶解，稀释至近 1 L。如 pH 不在 7.0，则用 1: 1 氨水或稀乙酸调节至 pH7.0，然后稀释至 1 L。

3.2.2 乙醇溶液(工业用，必须无 NH_4^+)。

3.2.3 液体石蜡(化学纯)。

3.2.4 甲基红-溴甲酚绿混合指示剂: 0.099 g 溴甲酚绿和 0.066 g 甲基红于玛瑙研钵中，加少量乙醇，研磨至指示剂完全溶解为止，最后加乙醇至 100 mL。

3.2.5 20 g/L 硼酸-指示剂溶液: 20 g 硼酸(H_3BO_3 ，化学纯)溶于 1 L 水中。每升硼酸溶液中加入甲基红-溴甲酚绿混合指示剂 20 mL，并用稀酸或稀碱调节至紫红色(葡萄酒色)，此时该溶液的 pH 为 4.5。

3.2.6 0.05 mol/L 盐酸标准溶液: 每升水中注入 4.5 mL 浓盐酸，充分混匀，用硼砂标定。标定剂硼砂($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ，分析纯)必须保存于相对湿度 60%~70%的空气中，以确保硼砂含 10 个水合水，通常可在干燥器的底部放置氯化钠和蔗糖的饱和溶液(并有二者的固体存在)，密闭容器中空气的相对湿度即为 60%~70%。

称取2.3825 g硼砂溶于水中，定容至250 mL，得0.05 mol/L硼砂标准溶液 $[\text{c}(1/2\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7)=0.05 \text{ mol/L}]$ 。吸取上述溶液25.00 mL于250 mL锥形瓶中，加2滴溴甲酚绿-甲基红指示剂(或2g/L甲基红指示剂)，用配

好的0.05 mol/L盐酸溶液滴定至溶液变酒红色为终点(甲基红的终点为由黄突变为微红色)。同时做空白试验。盐酸标准溶液的浓度按式(1)计算,取三次标定结果的平均值。

$$c_1 = \frac{c_2 \times V_2}{V_1 - V_0} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: c_1 ——盐酸标准溶液的浓度, mol/L;

V_1 ——盐酸标准溶液的体积, mL;

V_0 ——空白试验用去盐酸标准溶液的体积, mL;

c_2 ——硼砂标准溶液的浓度, mol/L;

V_2 ——用去硼砂标准溶液的体积, mL。

3.2.7 pH10 缓冲溶液: 同 LY/T 1245-1999 中 3.2.1。

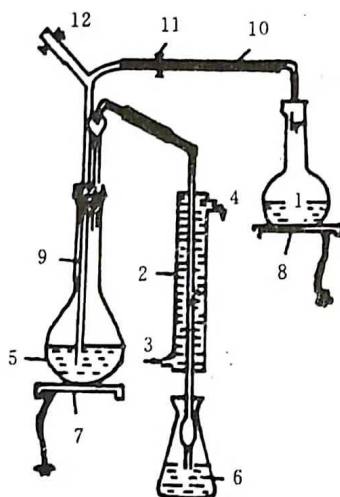
3.2.8 K-B 指示剂: 同 LY/T 1245-1999 中 3.2.2。

3.2.9 固体氧化镁: 将氧化镁(化学纯)放于镍蒸发器内, 在 500~600℃ 高温电炉中灼烧半小时, 冷后贮藏在密闭的玻璃器皿内。

3.2.10 纳氏试剂: 134 g 氢氧化钾(KOH, 分析纯)溶于 460 mL 水中。20 g 碘化钾(KI, 分析纯)溶于 50 mL 水中, 加入大约 32 g 碘化汞(HgI_2 , 分析纯), 使溶解至饱和状态。然后将两溶液混合即成。

3.3 主要仪器

电动离心机(转速3000~4 000 r/min), 离心管(100 mL), 凯氏瓶(150 mL), 蒸馏装置(图1)。



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

图1 蒸馏装置示意图

3.4 测定步骤

3.4.1 称取通过 2 mm 筛孔的风干样 2.0 g, 质地较轻的土壤称 5.0 g, 放入 100 mL 离心管中, 沿离心管壁加入少量 1 mol/L 乙酸铵溶液, 用橡皮头玻璃棒搅拌土样, 使其成为均匀的泥浆状态。再加 1 mol/L 乙酸铵溶液至总体积约 60 mL, 并充分搅拌均匀, 然后用 1 mol/L 乙酸铵溶液洗净橡皮头玻璃棒, 溶液收入离心管内。

3.4.2 将离心管成对放在粗天平的两盘上, 用乙酸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 3~5 min, 转速 3000~4000 r/min, 如不测定交换性盐基, 离心后的清液即弃去, 如需要测定交换性盐基时, 每次离心后的清液收集在 250 mL 容量瓶中, 如此用 1 mol/L 乙酸铵溶液处理 3~5 次, 直到最后浸出液中无钙离子反应为止。最后用 1 mol/L 乙酸铵溶液定容, 用于测定交换性盐基。

3.4.3 往载土的离心管中加入少量工业用乙醇, 用橡皮头玻璃棒搅拌土样, 使其成为泥浆状态, 再加乙醇约 60 mL, 用橡皮头玻璃棒充分搅匀, 以便洗去土粒表面多余的乙酸铵, 切不可有小土团存在。然后将离心管成对放在粗天平的两盘上, 用乙醇溶液使之质量平衡, 并对称放入离心机中, 离心 3~5 min, 转速 3000~4000 r/min, 弃去乙醇溶液。如此反复用乙醇洗 3~4 次, 直至最后一次乙醇溶液中无铵离子为止, 用甲基红-溴甲酚绿混合指示剂检查铵离子。

3.4.4 洗净多余的铵离子, 用水冲洗离心管的外壁, 往离心管内加少量水, 并搅拌成糊状, 用水把泥浆洗入 150 mL 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, 洗入水的体积应控制在 50~80 mL。蒸馏前在凯氏瓶内加 2 mL 液状石蜡和 1 g 氧化镁, 立即把凯氏瓶装上。

3.4.5 将盛有 25 mL 20 g/L 硼酸指示剂吸收液的锥形瓶(250 mL)用缓冲管连接在冷凝管的下端。打开螺丝夹(蒸气发生器内的水要先加热至沸), 通入蒸气, 随后摇动凯氏瓶内的溶液使其混合均匀。打开凯氏瓶下的电炉, 接通冷凝系统的流水。用螺丝夹调节蒸气流速度, 使其一致, 蒸馏约 20 min, 馏出液约达 80 mL 以后, 用甲基红-溴甲酚绿混合指示剂(或纳氏试剂)检查蒸馏是否完全。检查方法: 取下缓冲管, 在冷凝管下端取几滴馏出液于白瓷比色板的凹孔中, 立即往馏出液内加 1 滴甲基红-溴甲酚绿混合指示剂。若呈紫红色, 则表示氨已蒸完, 若呈蓝色, 需继续蒸馏(如加一滴纳氏试剂, 无黄色反应, 即表示蒸馏完全)。

3.4.6 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(洗入锥形瓶内), 然后用盐酸标准溶液滴定。同时做空白试验。

3.5 结果计算

$$CEC = \frac{c \times (V - V_0)}{m_1 \times K_2 \times 10} \times 1000 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: CEC ——阳离子交换量, $\text{cmol}(+)/\text{kg}$;

c ——盐酸标准溶液的浓度, mol/L ;

V ——盐酸标准溶液的用量, mL ;

V_0 ——空白试验盐酸标准溶液的用量, mL ;

m_1 ——风干土样质量, g;

K_2 ——将风干土换算成烘干土的水分换算系数;

10——将mmol换算成cmol的倍数。

3.6 允许偏差

按表1规定。

表 1 允许偏差

测定值 cmol(+)/kg	绝对偏差 cmol(+)/kg
>30	>1.5
30~10	1.5~0.5
<10	<0.5

注:

注 1: 如没有离心机也可改用淋洗法。

注 2: 检查钙离子的方法: 取最后一次乙酸铵浸出液 5 mL 放在试管中, 加 pH10 缓冲液 1 mL, 加少许 K-B 指示剂。

如溶液呈蓝色, 表示无钙离子; 如呈紫红色, 表示有钙离子, 还要用乙酸铵继续浸提。

4 氯化铵-乙酸铵交换法

4.1 方法要点

土样品先用 1 mol/L 氯化铵溶液加热处理, 分解除去土壤中的碳酸钙, 然后用 1 mol/L 乙酸铵交换法测定阳离子交换量。本方法适用于碳酸钙较少的石灰性森林土壤中阳离子交换量的测定。

4.2 试剂

4.2.1 1 mol/L 氯化铵溶液: 53.5 g 氯化铵(NH_4Cl , 化学纯)溶于水中, 稀释至 1 L。

4.2.2 其他试剂同 3.2。

4.3 主要仪器

同 3.3。

4.4 测定步骤

称取通过 2 mm 筛孔的风干土样 5.0 g, 放入 200 mL 烧杯中, 加入 1 mol/L 氯化铵溶液约 50 mL, 盖上表面皿, 放在电炉上低温煮沸, 直到无氨味为止(如烧杯内剩余溶液较少而仍有氨味时, 则补加一些 1 mol/L 氯化铵溶液继续煮沸), 烧杯内的土样用 1 mol/L 氯化铵溶液洗入 100 mL 离心管中, 将离心管放在粗天平两盘上, 用 1 mol/L 氯化铵溶液使之质量平衡。平衡好的离心管对称放入离心机中, 离心 3~5 min, 转速 3000~4 000 r/min, 弃去离心管中的清液。以下操作同 3.4。

4.5 结果计算

同3.5.

4.6 允许偏差

同3.6。
