

ICS 65.020.01

CCS B 04

NY

中华人民共和国农业行业标准

NY/T XXXX-202X

土壤检测 第2部分：土壤 pH 的测定

Soil Testing

Part 2: Method for determination of soil pH

(征求意见稿)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

(注：征求意见时必须保留这句话。)

XXXX -XX-XX 发布

XXXX -XX-XX 实施

中华人民共和国农业农村部发布

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。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由农业农村部农田建设管理司提出。

本文件由农业农村部耕地质量标准化技术委员会归口。

本标准主要起草单位：*****

本标准主要起草人：*****

土壤检测 第2部分：土壤 pH 的测定

1 范围

本文件规定了以水或1mol/L KCl溶液或0.01mol/L CaCl₂溶液为浸提剂，采用电位法测定土壤pH的方法。

本文件适用于各类土壤pH值的测定。

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于本文件；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 603 化学试剂试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

NY/T 1121.1 土壤检测第1部分：土壤样品的采集、处理和贮存

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

当把 pH 玻璃电极和甘汞电极浸入土壤悬浊液时，构成一电池反应，两者之间产生一个电位差，由于参比电极的电位是固定的，因而该电位差的大小决定于试液中的氢离子活度，其负对数即为 pH 值，在 pH 计上直接读出。

5 试剂和材料

本试验方法所用试剂和水，除特殊注明外，均指 GB/T 603 中规定的分析纯试剂。

5.1 无二氧化碳水：符合GB/T 6682中规定的二级水，将水注入烧瓶中（水量不超过烧瓶体积的2/3），煮沸10min，放置冷却，用装有碱石灰干燥管的橡皮塞塞进。如制备10L~20L较大体积的不含二氧化碳水，可插入一玻璃管到容器底部，通氮气到水中1h~2h，以除去被水吸收的二氧化碳。该试剂现用现配。

5.2 邻苯二甲酸氢钾。

5.3 磷酸氢二钠。

5.4 磷酸二氢钾。

5.5 硼砂 ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) 。

硼砂的平衡处理方法：将硼砂放在盛有蔗糖和食盐饱和水溶液的干燥器内平衡两昼夜。

5.6 氯化钾溶液： $c(\text{KCl})=1\text{ mol/L}$ 。称取74.6 g氯化钾溶于水，并稀释至 1L。

5.7 氯化钙溶液： $c(\text{CaCl}_2)=0.01\text{ mol/L}$ 。称取 1.47 g 氯化钙 ($\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 溶于水，移入 1L 容量瓶中，用水定容，贮于塑料瓶。

5.8 pH 4.01 (25℃) 标准缓冲溶液

称取经110℃~120℃干燥2 h~3h的邻苯二甲酸氢钾 ($\text{C}_8\text{H}_5\text{KO}_4$) 10.21 g 溶于水，转移至1L 容量瓶中并定容至标线，即为0.05mol/L 邻苯二甲酸氢钾标准缓冲溶液。也可购买市售有证标准溶液。

5.9 pH 6.86 (25℃) 标准缓冲溶液

称取经 110℃~120℃烘干 2h~3h 的磷酸二氢钾 (KH_2PO_4) 3.39 g 和 3.53 g 无水磷酸氢二钠 (Na_2HPO_4)，溶于水，转移到 1L 容量瓶中并定容至标线，即为 0.025 mol/L 磷酸二氢钾及 0.025 mol/L 磷酸氢二钠标准缓冲溶液。也可购买市售有证标准溶液。

5.10 pH 9.18 (25℃) 标准缓冲溶液

称取经平衡处理的硼砂 ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) 3.80g, 溶于无二氧化碳水, 转移到1 L容量瓶中并定容至标线, 即为0.01mol/L硼砂标准缓冲溶液。也可购买市售有证标准溶液。

上述pH 标准缓冲溶液应用 pH 基准试剂配制。如贮存于密闭的聚乙烯瓶中, 则配制好的 pH 标准缓冲溶液至少可稳定1~2个月。

不同温度下各标准缓冲溶液的 pH 见表 1。

表 1 不同温度下各标准缓冲溶液的 pH

℃	pH		
	标准液4.01	标准液 6.87	标准液 9.18
0	4.003	6.984	9.464
5	3.999	6.951	9.395
10	3.998	6.923	9.332
15	3.999	6.900	9.276
20	4.002	6.881	9.225
25	4.008	6.865	9.180
30	4.015	6.853	9.139

6 仪器设备

6.1 电子天平: 精度 0.01g

6.2 pH 计 (酸度计): 精度为 0.01 个 pH 单位, 具有温度补偿功能

6.3 电极: 玻璃电极和饱和甘汞电极或复合电极

6.4 磁力搅拌器 或水平振荡器

6.5 土壤筛: 孔径 2mm (10 目)

6.6 实验室常用仪器设备

7 样品

7.1 样品采集与保存

土壤样品的采集和保存按照 NY/T 1121.1 规定的方法进行。样品采集、运输和保存过程应避免沾污和待测元素损失。

7.2 样品的制备

采集的新鲜土壤样品进行风干。将样品平铺在干净的纸上，摊成薄层，于室内阴凉通风处风干，切忌阳光直接暴晒。风干过程中应经常翻动样品，加速其干燥。风干场所应防止酸、碱等气体及灰尘的污染。当土样达到半干状态时，应及时将大土块捏碎。用四分法分取适量风干样品，除去土壤样品中的动植物残体、石子等，再用圆木棍将土壤碾碎，使研磨后的样品全部通过 2mm 孔径的试验筛，充分混匀，装入玻璃广口瓶、塑料瓶或洁净的土样袋中，备用。

8 分析步骤

8.1 试样溶液的制备

准确称取 10.00g 试样于 50mL 的高型烧杯，并加入去除 CO₂ 的水 25mL，用搅拌器搅拌 1min，静置 30 min，在 1 h 内完成测定。

注 1：可根据测试需求，选择浸提剂种类。酸性土壤可以选择 1mol/L KCl 作为浸提剂。碱性土壤可以选择 0.01mol/L CaCl₂ 作为浸提剂。

注 2：一些土壤，如果以 1:2.5 水土比无法获得足够多的浸提液进行测试，可以根据情况，选择离心方式获得足够多的浸提液；或者提高水土比 1:5 或 1:10，并在报告中给予标注。

8.2 pH 计的校准

依据被测土壤样品 pH 范围，至少使用两种 pH 标准缓冲溶液进行 pH 计的校准。将仪器温度补偿器调节到试液、标准缓冲溶液同一温度值。先用 pH 6.86（25℃）标准缓冲溶液（5.9），再用 pH 4.01（25℃）标准缓冲溶液（5.8）或 pH 9.18（25℃）标准缓冲溶液（5.10）校准。

注 3：长时间存放不用的玻璃电极需要在水中浸泡 24h，使之活化后才能使用。暂时不用的可浸泡在水中，长期不用时，要干燥保存。玻璃电极表面受到污染时，需进行处理。甘汞电极腔内要装满饱和氯化钾溶液，在室温

下应该有少许氯化钾结晶存在，但氯化钾结晶不宜过多，以防堵塞电极与被测溶液的通路。玻璃电极的内电极与球泡之间、甘汞电极内电极和多孔陶瓷末端芯之间不得有气泡。

注 4：控制标准缓冲溶液温度在 $(25 \pm 1)^\circ\text{C}$ ，若手动温度补偿的仪器，用温度计测量缓冲溶液（或土壤悬浊液）的温度，并将 pH 计的温度补偿旋钮调节到该温度上。有自动温度补偿功能的仪器，此步骤可省略。

注 5：电极性能核查，使用标准缓冲溶液校准仪器时，记录每一个标准溶液的 pH 值所对应的电位差，计算每改变 1 个 pH 单位所对应的电位差变化值。如果电位差变化值 $\geq 55\text{mV}$ ，则说明电极性能优良；如果电位差变化值 $< 55\text{mV}$ ，则电极性能不佳，不能继续使用。

注 6：将电极插入缓冲溶液中，待读数稳定后读取 pH 示值，仪器示值与该标准缓冲溶液的 pH 值之差应 ≤ 0.02 个 pH 单位，否则应重新校准。

注 7：每个点的标准缓冲溶液校正完移出电极，用水冲洗，以滤纸吸干，再进行下一个点校正。反复几次，直至仪器稳定。

注 8：读数要求，当读数在 5s 内稳定 0.02 个单位后方可记录数据。

注 9：温度影响电极电位和水的电离平衡。测定时，要用温度补偿器调节至与标准缓冲溶液、待测试液温度保持一致。标准溶液 pH 随温度稍有变化，校准仪器时可参照表 1。

注 10：测定 pH 时，环境保持恒温、干净，且避免酸碱蒸汽浸入。

8.3 试样溶液 pH 的测定

测量试样溶液的温度，试样溶液的温度与标准缓冲溶液的温度之差不应超过 1°C 。将电极浸入试样的悬浊液，玻璃电极球泡下部位于土液界面处，甘汞电极（或复合电极的液络部）位于上部上清液中，轻轻转动烧杯以去除电极的水膜，促使快速平衡。静置片刻，待读数稳定后记下 pH 值。

每份试样测完后，立刻用水冲洗电极，并用滤纸将电极外部水吸干，再测定下一个试样。每

测 20 个样品后需用标准溶液核查，仪器示值与标准溶液的 pH 值之差应 $\leq 0.2\text{pH}$ 单位。

注 11：批量样品测定时，需要用 pH 试纸先粗测样品试液的 pH 值，并按酸碱性进行排序测试，在酸性样品

到碱性样品过渡中，重新进行 pH 计的校准。

注 12：在连续测量 $\text{pH} > 7.5$ 以上的样品后，建议将玻璃电极在 0.1mol/L 盐酸溶液中浸泡一下，防止电极由

碱引起的响应迟钝。

9 结果计算与表述

直接读取 pH 值，结果保留两位小数。

10 精密度和准确度

重复试验结果允许绝对相差：中性、酸性土壤 $\leq 0.2\text{pH}$ 单位，碱性土壤 $\leq 0.3\text{pH}$ 单位。

11 质量保证和质量控制

11.1 每批样品测定前应对仪器进行校准，同一批次样品中酸性、碱性样品需要分开独立测定。每测

20个样品后需用标准缓冲溶液检查，以防仪器读数漂移。

11.2 每连续测定20个样品或每批次（ ≤ 20 个样品/批）应分析1个有证标准样品或标准物质，测定结

果应落在证书给出的标准值范围内，否则应重新校准，重新测定该批次样品。

11.3 每20个样品或每批次（ ≤ 20 个样品/批）应分析1个平行样品，平行样品测定结果应满足方法精

密度要求。

12 试验报告

结果报告中至少给出以下几个方面内容

——报告编号

——试验日期

——样品编号

——方法名称、仪器型号

——结果（标注浸提剂种类、水土比）

——观察到异常现象

——质控结果
