



# 中华人民共和国农业行业标准

NY/T ××××—202×

## 土壤检测 第 5 部分： 土壤阳离子交换量的测定

Soil Testing Part 5:

Method for determination of soil cation exchange capacity in soil

(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。)

××××-××-××发布

××××-××-××实施

中华人民共和国农业农村部 发布



目 次

前 言 ..... I

1 范围 ..... 1

2 规范性引用文件 ..... 1

3 术语和定义 ..... 1

4 乙酸铵交换法 ..... 1

4.1 方法原理 ..... 1

4.2 试剂或材料 ..... 1

4.3 仪器设备 ..... 3

4.4 样品制备与保存 ..... 3

4.5 分析步骤 ..... 3

4.6 结果计算与表示 ..... 4

4.7 精密度与正确度 ..... 5

4.8 试验报告 ..... 5

5 盐酸-乙酸钙交换法 ..... 6

5.1 原理 ..... 6

5.2 试剂或材料 ..... 6

5.3 仪器设备 ..... 6

5.4 样品制备与保存 ..... 6

5.5 分析步骤 ..... 7

5.6 计算结果与表示 ..... 7

5.7 精密度与正确度 ..... 8

5.8 试验报告 ..... 8

6 EDTA-乙酸铵/氯化铵-乙酸铵交换法 ..... 8

6.1 原理 ..... 8

6.2 试剂或材料 ..... 8

6.3 仪器设备 ..... 8

6.4 样品制备与保存 ..... 8

6.5 分析步骤 ..... 9

6.6 结果计算与表示 ..... 9

6.7 精密度与正确度 ..... 10

6.8 试验报告 ..... 10

## 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。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

## 土壤检测 第5部分：土壤阳离子交换量的测定

### 1 范围

本文件规定了测定土壤阳离子交换量的方法。

本文件适用于土壤中阳离子交换量的测定，其中乙酸铵交换法适用于 $\text{pH} \leq 7.5$ 的土壤样品，EDTA-乙酸铵/氯化铵-乙酸铵交换法、盐酸-乙酸钙交换法适用于 $\text{pH} > 7.5$ 的土壤样品。

### 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 6682 分析实验室用水规格和实验方法

GB/T 37885 化学试剂 分类

NY/T 1121.1 土壤检测第1部分：土壤样品的采集、处理和贮存

NY/T 1121.2 土壤检测 第2部分：土壤 $\text{pH}$ 的测定

NY/T 1121.24 土壤检测 第24部分：土壤全氮的测定 自动定氮仪法

HJ 613 土壤 干物质和水分的测定 重量法

### 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

#### 3.1

**土壤阳离子交换量** soil cation exchange capacity (CEC)

在一定 $\text{pH}$ 条件下，土壤胶体所能吸附的各种阳离子的总量，以风干基厘摩尔每千克（ $\text{cmol}(+)/\text{kg}$ ）表示。

### 4 乙酸铵交换法

#### 4.1 方法原理

$\text{pH} \leq 7.5$ 的土壤用 $1 \text{ mol/L}$ 乙酸铵溶液作为交换剂，使土壤成为 $\text{NH}_4^+$ 饱和土；用乙醇洗去过量的乙酸铵，然后加氧化镁，用定氮蒸馏的方法进行蒸馏；蒸馏出的氨用硼酸溶液吸收，以标准酸溶液滴定，根据 $\text{NH}_4^+$ 的量计算土壤阳离子交换量。

#### 4.2 试剂或材料

除非另有说明，分析时均使用符合GB/T 37885的分析纯试剂。

4.2.1 水：符合 GB/T 6682 中二级水的要求。

4.2.2 乙酸（ $\text{CH}_3\text{COOH}$ ）： $\rho = 1.05 \text{ g/cm}^3$ 。

- 4.2.3 盐酸 (HCl) :  $\rho=1.19$  g/mL。
- 4.2.4 硼酸 ( $\text{H}_3\text{BO}_3$ ) 。
- 4.2.5 氨水 ( $\text{NH}_3\cdot\text{H}_2\text{O}$ ) :  $\rho=0.90$  g/mL。
- 4.2.6 氢氧化钠 (NaOH) 。
- 4.2.7 氢氧化钾 (KOH) 。
- 4.2.8 乙醇 ( $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ , 无  $\text{NH}_4^+$ ) :  $\omega=95\%$ 。
- 4.2.9 乙酸铵 ( $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ ) 。
- 4.2.10 氯化铵 ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ ) 。
- 4.2.11 氯化钠 (NaCl) 。
- 4.2.12 碘化钾 (KI) 。
- 4.2.13 碘化汞 ( $\text{HgI}_2$ ) 。
- 4.2.14 溴甲酚绿 ( $\text{C}_{21}\text{H}_{14}\text{Br}_4\text{O}_5\text{S}$ ) 。
- 4.2.15 甲基红 ( $\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{N}_3\text{O}_2$ ) 。
- 4.2.16 酸性铬蓝 K。
- 4.2.17 萘酚绿 B。
- 4.2.18 氧化镁 ( $\text{MgO}$ ) : 将氧化镁在高温电炉中经  $600^\circ\text{C}$  灼烧 0.5 h, 冷却后贮存于密闭容器内。
- 4.2.19 乙酸溶液 (1+1) : 量取 50 mL 乙酸 (4.2.2), 再取 50 mL 水 (4.2.1) 混匀。
- 4.2.20 氨水溶液 (30+70) : 量取 30 mL 氨水 (4.2.5), 再取 70 mL 水 (4.2.1) 混匀。
- 4.2.21 乙酸铵溶液 [ $c(\text{CH}_3\text{COONH}_4)=1$  mol/L] : 称取 77.09 g 乙酸铵 (4.2.9) 溶于水 (4.2.1) 中, 用氨水 (4.2.20) 或乙酸溶液 (4.2.19) 调节 pH 至 7.0 后定容至 1 L。
- 4.2.22 pH10 缓冲溶液: 称取 33.75 g 氯化铵 (4.2.10) 溶于无  $\text{CO}_2$  水中, 加新开瓶的浓氨水 (4.2.5) 285 mL, 用无  $\text{CO}_2$  水稀释至 500 mL, 贮于塑料中。
- 4.2.23 盐酸标准溶液 [ $c(\text{HCl})=0.05$  mol/L] : 吸取浓盐酸 (4.2.3) 4.17 mL, 加水 (4.2.1) 稀释至 1 L, 充分摇匀, 再用基准无水碳酸钠标定。或使用经国家认证并授予标准物质证书的标准溶液。
- 4.2.24 甲基红-溴甲酚绿指示剂: 称取 0.099 g 溴甲酚绿 (4.2.14) 和 0.066 g 甲基红 (4.2.15) 于玛瑙研钵中, 加少量 95%乙醇 (4.2.8), 研磨至指示剂完全溶解为止, 最后加 95%乙醇 (4.2.8) 至 100 mL。
- 4.2.25 硼酸溶液 ( $\rho(\text{H}_3\text{BO}_3)=20$  g/L) : 称取 20 g 硼酸 (4.2.4) 溶于近 1 L 水 (4.2.1) 中。每升硼酸溶液中加入甲基红-溴甲酚绿指示剂 (4.2.24) 20 mL, 并用稀盐酸或稀氢氧化钠调节 pH 至 4.5, 转移至 1 L 容量瓶中, 定容。
- 4.2.26 K-B 指示剂: 称取 0.5 g 酸性铬蓝 K (4.2.16) 与 1.0 g 萘酚绿 B (4.2.17), 加 100 g 氯化钠 (4.2.11) (经  $105^\circ\text{C}$  烘干), 在玛瑙研钵中充分研磨混匀, 贮于棕色瓶中备用。

4.2.27 纳氏试剂：称取 134 g 氢氧化钾（4.2.7）溶于 460 mL 水（4.2.1）中；称取 20 g 碘化钾（4.2.12）溶于 50 mL 水（4.2.1）中，再加入大约 32 g 碘化汞（4.2.13），使溶解至饱和状态。然后将两溶液混合即成，放至暗处保存。或购买商品化试剂。

### 4.3 仪器设备

4.3.1 天平：感量为 0.01 g。

4.3.2 塑料离心管：100 mL。

4.3.3 离心机：离心力 $\geq 3000$  g。

4.3.4 凯氏瓶（150 mL）。

4.3.5 快速淋洗交换装置：配直径 90 mm 的中速定性滤纸。

4.3.6 蒸馏装置。

4.3.7 定氮仪：具有全自动或半自动蒸馏滴定功能。

### 4.4 样品制备与保存

按照 NY/T 1121.1 的相关规定，风干、研磨土壤样品，研磨后全部通过 2 mm 样品筛，土壤试样装入样品瓶或样品袋中待用。

### 4.5 分析步骤

#### 4.5.1 离心法离子交换

4.5.1.1 称取风干土壤样品 2.0 g（精确至 0.01 g），质地较轻的土壤称 5.0 g（精确至 0.01 g），放入 100 mL 离心管中，加约 40 mL 乙酸铵溶液（4.2.21），充分搅拌，使溶液与土壤混合成均匀的泥浆状，加乙酸铵溶液（4.2.21）使离心管成对平衡后对称地放入离心机中，离心力 3000 g，离心 10 min 后弃去清液。

注1：充分搅拌土壤与乙酸铵混合液的方式可采用手动玻璃棒搅拌或机械搅拌，若使用手动玻璃棒搅拌，搅拌后用乙酸铵溶液洗净玻璃棒，溶液收入离心管。

注2：若离心后不澄清，可适当增加离心力。

注3：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，最后用乙酸铵溶液（4.2.21）定容至 250 mL。

4.5.1.2 如上述步骤用乙酸铵溶液（4.2.21）少量多次处理，直至交换液中无  $\text{Ca}^{2+}$  反应为止。

注1：土壤交换液中若有漂浮的枯枝落叶等植物残体，需过滤去除。

注2：建议交换离心3次后，开始检查  $\text{Ca}^{2+}$ ：取交换液 5 mL，放在试管中，加 pH 10 的缓冲溶液（4.2.22）1 mL，再加少许 K-B 指示剂（4.2.26），若呈蓝色，表示无  $\text{Ca}^{2+}$ ；若呈紫红色，表示有  $\text{Ca}^{2+}$ 。

注3：离心力和离心时间可根据土壤类型适当调整，离心后上清液清亮即可。

4.5.1.3 向载土的离心管中加入少量 95% 乙醇（4.2.8），充分搅拌使其成为泥浆状态，然后加 95% 乙醇（4.2.8）约 60 mL 并充分搅拌以便洗去土粒表面多余的乙酸铵溶液（4.2.21），不应有小土团存在。再加适量 95% 乙醇（4.2.8）使离心管成对平衡后对称地放入离心机中，离心力 8000 g，离心 3 min~5 min，弃去乙醇溶液。弃去乙醇溶液。如此反复 3~4 次，洗至无铵离子为止。

注1：若离心后不澄清，可适当增加离心力和离心时间。

注2：检查铵离子的方法：在白瓷板的小孔中加 1~2 滴乙醇清液，再加 1 滴纳氏试剂（4.2.27）。显黄色表示有铵离子；不显黄色表示无铵离子。

4.5.1.4 向离心管内加少量水（4.2.1），将  $\text{NH}_4^+$  饱和土搅拌成糊状，并无损洗入凯氏瓶或消化管中，洗入体积应控制在 60 mL 左右。在蒸馏前加 1 g 氧化镁（4.2.18），立即把凯氏瓶装蒸馏装置上或消化管置于定氮仪上。

#### 4.5.2 淋洗法离子交换

4.5.2.1 称取风干土壤样品 2.0 g（精确至 0.01 g）放至洁净的小烧杯中，沿杯壁加入少量乙酸铵溶液（4.2.21），用玻璃棒搅拌土样，使其成为均匀的泥浆状态。

注：称样量可根据土壤类型适当调整，如黏土可称 1.0 g。

4.5.2.2 将中速定性滤纸放在快速淋洗交换装置（4.3.5）的布氏漏斗中，用乙酸铵溶液（4.2.21）润湿滤纸，放置滤纸压盖，观察并确保搅拌杯下的硅胶管在玻璃压盖中。

4.5.2.3 根据装置预设程序加入 40 mL 乙酸铵溶液（4.2.21），将样品无损冲入搅拌杯并搅拌 8 min 后，经布氏漏斗过滤 120~240 s 至漏斗干燥。重复 4~5 次，直至浸出液中无  $\text{Ca}^{2+}$  为止（检查方法同 4.5.1.2）。

注：如需要测定交换性盐基时，每次过滤后的清液收集在 250 mL 容量瓶中，最后用乙酸铵溶液（4.2.21）定容至 250 mL。

4.5.2.4 向搅拌杯中加入 60 mL 95%乙醇（4.2.8），搅拌 10 s 清洗搅拌杯，残余土壤与溶液一起流入布氏漏斗中浸泡 2 min，随后抽滤至干燥，该过程一般重复 3 次（黏土）或 4 次（砂土、壤土），应洗至无铵离子为止（检查方法同 4.5.1.3）。

4.5.2.5 将土样和滤纸一同转移至消化管，并用水（4.2.1）无损洗入消化管，洗入体积应控制在 60 mL 左右。蒸馏前加 1 g 氧化镁（4.2.18），立即把消化管装在定氮仪上。

#### 4.5.3 蒸馏滴定

4.5.3.1 将盛有 25 mL 硼酸溶液（4.2.25）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腾），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，检查是否蒸馏完全。

注1：可使用半自动或全自动定氮仪（4.3.7）代替手动蒸馏和滴定，具体方法按照仪器操作手册执行。

注2：蒸馏完全的检查方法：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-溴甲酚绿指示剂（4.2.24）。若呈紫红色，则表示氨已蒸完，若呈蓝色，需继续蒸馏（如加 1 滴纳氏试剂（4.2.27），无黄色反应，即表示蒸馏完全）。

4.5.3.2 将缓冲管连同锥形瓶内的吸收液一起取下，用水（4.2.1）冲洗缓冲管的内外壁（洗入锥形瓶内），然后用盐酸标准溶液（4.2.23）滴定。同时做空白试验。

#### 4.6 结果计算与表示

土壤试样中阳离子交换量（CEC）以摩尔质量计，单位为厘摩尔每千克（ $\text{cmol}(+)/\text{kg}$ ），按公式（1）计算。



$$CEC = \frac{c \times (V - V_0)}{m \times 10} \times 1000 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

*c*—盐酸标准溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

*V*—滴定样品待测液所用盐酸标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*V*<sub>0</sub>—空白滴定所用盐酸标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*m*—风干样品质量，单位为克（g）；

10—mmol 换算为 cmol 的系数。

平行测定结果以算术平均值表示。

当测定结果小于10 cmol(+)/kg，保留小数点后 2 位；测定结果大于等于10 cmol(+)/kg，保留 3 位有效数字。

4.7 精密度与正确度

4.7.1 精密度

每20个样品或每批次（少于20个样品/批）应测定不少于1个平行样品，精密度应符合表1要求。

表 1 阳离子交换量平行测定结果允许差

序号	测定值，cmol(+)/kg	允许差，cmol（+）/kg
1	>50	≤5.0
2	30~50	≤2.5
3	10~30	≤1.5
4	<10	≤1.0

4.7.2 正确度

每 20 个样品或每批次（少于 20 个样品/批）应测定不少于 1 个有证标准物质/标准样品，测定结果与标准物质/标准样品的认定值相比，其相对误差的绝对值应满足表 2 要求。

表 2 土壤标准物质/标准样品相对误差允许范围

序号	测定值，cmol(+)/kg	相对误差，%
1	>30	≤10
2	10~30	≤15
3	<10	≤20

4.8 试验报告

- 试验报告至少应给出以下几个方面的内容：
- 本文件编号；
  - 所使用的方法；
  - 试验对象；
  - 结果及表示方式；

- 观察到的异常现象;
- 试验日期。

## 5 盐酸-乙酸钙交换法

### 5.1 原理

用0.25 mol/L盐酸破坏碳酸盐,再以0.05 mol/L盐酸处理试样,使交换性盐基完全自土壤中被置换,形成氢饱和土壤,用乙醇洗净多余盐酸,加入1 mol/L乙酸钙溶液,使 $\text{Ca}^{2+}$ 再交换出 $\text{H}^+$ 。所生成的乙酸用氢氧化钠标准溶液滴定,计算土壤阳离子交换量。

### 5.2 试剂或材料

5.2.1 水:符合 GB/T 6682 中二级水的要求。

5.2.2 硝酸银( $\text{AgNO}_3$ )。

5.2.3 乙酸钙( $\text{Ca}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ )。

5.2.4 氢氧化钠标准溶液[ $c(\text{NaOH})=0.02 \text{ mol/L}$ ]。

5.2.5 酚酞。

5.2.6 乙酸钙溶液[ $c(\text{CH}_3\text{COONH}_4)=0.5 \text{ mol/L}$ ]:称取 88.00 g 乙酸钙(5.2.3)溶于水中,稀释至 1 L。吸取该溶液 50 mL,加酚酞指示剂(5.2.11)2滴,用 0.02 mol/L 氢氧化钠标准溶液(5.2.4)滴至微红色。由消耗的氢氧化钠体积,计算出每升乙酸钙溶液应加入 2 mol/L 氢氧化钠(5.2.9)的量,配成 pH=8.2 的乙酸钙溶液。

5.2.7 盐酸溶液[ $c(\text{HCl})=0.25 \text{ mol/L}$ ]:吸取 21.0 mL 浓盐酸(4.2.3),加水(5.2.1)稀释至 1 L。

5.2.8 盐酸溶液[ $c(\text{HCl})=0.05 \text{ mol/L}$ ]:吸取盐酸溶液(5.2.7)200 mL,加水(5.2.1)稀释至 1 L。

5.2.9 氢氧化钠溶液[ $c(\text{NaOH})=2 \text{ mol/L}$ ]:称取 40.00g 氢氧化钠(4.2.6),加水溶解,稀释至 500 mL。

5.2.10 乙醇溶液:量取 400 mL 95%乙醇(4.2.8),再取 600 mL 水(5.2.1)混匀。

5.2.11 酚酞指示剂:称取 0.5 g 酚酞(5.2.5),溶于 50 mL 95%乙醇(4.2.8),稀释至 100 mL。

5.2.12 硝酸银溶液:称取 5.00 g 硝酸银(5.2.2)溶于 100 mL 水(5.2.1),贮于棕色瓶内。

5.2.13 pH10 缓冲溶液:同 4.2.22。

### 5.3 仪器设备

5.3.1 天平:感量为 0.01 g。

5.3.2 塑料离心管:100 mL。

5.3.3 离心机:离心力 $\geq 3000 \text{ g}$ 。

### 5.4 样品制备与保存

同4.4。

## 5.5 分析步骤

### 5.5.1

称取风干土壤样品 5.0 g（精确至 0.01g），放入 100 mL 离心管中，加 0.05 mol/L 盐酸溶液（5.2.8）5~10 mL 湿润试样，然后边搅拌边滴加 0.25 mol/L 盐酸溶液（5.2.7），以分解土壤中的碳酸盐和石膏（防止因局部过酸对土壤胶体的破坏），直至不再强烈发生 CO<sub>2</sub> 气泡为止。再加入足量（指分解碳酸盐和石膏而言）0.05 mol/L 盐酸溶液（5.2.8）浸泡过夜。

注1：充分搅拌土壤与盐酸混合液的方式可采用手动玻璃棒搅拌或机械搅拌，若使用手动玻璃棒搅拌，搅拌后用盐酸溶液洗净玻璃棒，溶液收入离心管。

注2：若离心后不澄清，可适当增加离心力或离心时间。

### 5.5.2

将离心管成对称地放在粗天平两盘上，加 0.05 mol/L 盐酸溶液（5.2.8）使达平衡，对称地放入离心机，离心力 3000 g，离心 10 min，弃去清液。向离心管内加入少量 0.05 mol/L 盐酸溶液（5.2.8），用玻璃棒将土样搅拌成均匀泥浆状，再加 0.05 mol/L 盐酸溶液（5.2.8）至总体积 60 mL 左右，继续搅拌 5 min，以少量 0.05 mol/L 盐酸溶液（5.2.8）洗净玻璃棒。将离心管成对称地放在粗天平上平衡后，对称地放入离心机中离心并弃去清液，如此反复处理 3~4 次，直至溶液中无 Ca<sup>2+</sup> 为止（检验方法同 4.5.1.2）。

### 5.5.3

向离心管中加入少量乙醇溶液（5.2.10），用玻璃棒将土样搅拌成均匀泥浆状，再加乙醇溶液（5.2.10）至总体积 60 mL 左右，继续搅拌，以少量乙醇溶液（5.2.10）洗净玻璃棒。经粗天平平衡后离心，弃去清液。反复清洗试样 3 次~4 次，直至检查无氯离子为止。

注1：若离心后不澄清，可适当增加离心力或离心时间。

注2：检查氯离子方法：取最后一次乙醇清液，滴加硝酸银溶液，若无白色沉淀，即为无氯离子；若出现白色沉淀，表示仍有氯离子残留，需继续用乙醇溶液（5.2.10）清洗，并再次检测，直至无沉淀为止。

### 5.5.4

向离心管中加入少量 0.5 mol/L 乙酸钙溶液（5.2.6），用玻璃棒将土样搅拌成均匀泥浆状，再加入 50 mL 乙酸钙溶液（5.2.6），继续搅拌 5 min，经粗天平平衡后放入离心机中离心 5 min，将离心液小心移入 250 mL 容量瓶中。如此反复操作 4 次，最后以 0.5 mol/L 乙酸钙溶液（5.2.6）稀释至刻度，待测。

### 5.5.5

吸取待测液 100 mL 于 250 mL 三角瓶中，加酚酞指示剂（5.2.11）3~4 滴，以 0.02 mol/L 氢氧化钠标准溶液（5.2.4）滴定溶液至浅红色，同时做空白试验。

## 5.6 计算结果与表示

土壤试样中阳离子交换量（CEC）以摩尔质量计，单位为厘摩尔每千克（cmol(+)/kg），按公式（2）计算。

$$CEC = \frac{c \times (V - V_0) \times D}{m \times 10} \times 1000 \dots\dots\dots (2)$$

式中：

*c*——氢氧化钠标准溶液浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

*V*——样品滴定用去氢氧化钠标准溶液体积，单位为毫升（mL）；

$V_0$ ——空白滴定用去氢氧化钠标准溶液体积，单位为毫升（mL）；

$m$ ——风干样品质量，单位为克（g）；

$D$ ——分取倍数， $250/100=2.5$ ；

10——mmol 换算为 cmol 的系数。

平行测定结果以算术平均值表示。

当测定结果小于10 cmol(+)/kg，保留小数点后 2 位；测定结果大于等于10 cmol(+)/kg，保留 3 位有效数字。

## 5.7 精密度与正确度

### 5.7.1 精密度

每20个样品或每批次（少于20个样品/批）应测定不少于1个平行样品，精密度应符合表1要求。

### 5.7.2 正确度

每 20 个样品或每批次（少于 20 个样品/批）应测定不少于 1 个有证标准物质/标准样品，测定结果与标准物质/标准样品的认定值相比，其相对误差的绝对值应满足表 2 要求。

## 5.8 试验报告

同4.8。

## 6 EDTA-乙酸铵/氯化铵-乙酸铵交换法

### 6.1 原理

pH>7.5 的土壤用 0.005 mol/L EDTA 与 1 mol/L 乙酸铵的混合液作为交换剂，或先用 1 mol/L 氯化铵溶液分解除去土壤中碳酸钙，然后用 1 mol/L 乙酸铵作为交换剂，使土壤成为  $\text{NH}_4^+$ 饱和土；用乙醇洗去过量的乙酸铵，然后加氧化镁，用定氮蒸馏的方法进行蒸馏；蒸馏出的氨用硼酸溶液吸收，以标准酸溶液滴定，根据  $\text{NH}_4^+$ 的量计算阳离子交换量。

### 6.2 试剂或材料

除非另有说明，分析时均使用符合 GB/T 37885 的分析纯试剂。

6.2.1 水：符合 GB/T 6682 中二级水的要求。

6.2.2 乙二胺四乙酸（EDTA）。

6.2.3 EDTA-乙酸铵混合液：称取 77.09 g 乙酸铵（4.2.9）和 1.461 g 乙二胺四乙酸（6.2.2）溶于水（6.2.1）中，以氨水（4.2.20）和乙酸溶液（4.2.19）调至 pH 8.5 后再定容至 1 L。

6.2.4 氯化铵溶液[ $c(\text{CH}_3\text{COONH}_4)=1 \text{ mol/L}$ ]：称取 53.5 g 氯化铵（4.2.10）溶于水（6.2.1）中，定容至 1 L。

6.2.5 其他试剂同 4.1.2。

### 6.3 仪器设备

同 4.3。

### 6.4 样品制备与保存

同 4.4。

## 6.5 分析步骤

### 6.5.1 离心法离子交换

#### 6.5.1.1 EDTA-乙酸铵

称取风干土壤样品 2.0 g（精确至 0.01 g），质地较轻的土壤（如砂土）称 5.0 g（精确至 0.01 g）放入 100 mL 离心管中，沿离心管壁加约 60 mL EDTA-乙酸铵混合液（6.2.3），充分搅拌，使溶液与土壤混合成均匀的泥浆状。加少量 EDTA-乙酸铵混合液（6.2.3）使离心管成对平衡后对称地放入离心机中，离心力 3000 g，离心 10 min，将离心管中清液弃去。以下洗涤过剩铵盐，同 4.5.1.3~4.5.1.4。

注1：充分搅拌土壤与乙酸铵混合液的方式可采用手动玻璃棒搅拌或机械搅拌，若使用手动玻璃棒搅拌，搅拌后用乙酸铵溶液洗净玻璃棒，溶液收入离心管。

注2：若离心后不澄清，可适当增加离心力。

#### 6.5.1.2 氯化铵-乙酸铵

称取风干土壤样品 5.0 g（精确至 0.01 g）于 200 mL 烧杯中，加入氯化铵溶液（6.2.4）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，则补加一些氯化铵溶液（6.2.4）继续煮沸），烧杯内的土壤用氯化铵（6.2.4）溶液洗入 100 mL 离心管中，以下操作同 4.5.1.2~4.5.1.4。

注：称样量可根据土壤类型适当调整。

### 6.5.2 淋洗法离子交换

#### 6.5.2.1 EDTA-乙酸铵

称取风干土壤样品 2 g（精确至 0.01 g），放入洁净的小烧杯中，沿杯壁加入少量 EDTA-乙酸铵溶液（6.2.3），用玻璃棒搅拌土样，使其成为均匀的泥浆状态。将中速定性滤纸放在快速淋洗交换装置（4.3.5）的布氏漏斗中，用 EDTA-乙酸铵溶液（6.2.3）润湿滤纸，放置滤纸压盖，观察并确保搅拌杯下的硅胶管在玻璃压盖中。

注：称样量可根据土壤类型适当调整。

仪器根据预设程序加入 60 mL 的 EDTA-乙酸铵溶液（6.2.3）。通过进样口用 EDTA-乙酸铵溶液（6.2.3）将样品完全冲到搅拌杯中，仪器自动搅拌 3 min 后，每次过滤时间分别为 120 s（砂土）、180 s（壤土）、240 s（黏土）。以下步骤同 4.5.2.3~4.5.2.5。

#### 6.5.2.2 氯化铵-乙酸铵

称取风干土壤样品 5.0 g（精确至 0.01 g），放入 200 mL 烧杯中，加入氯化铵溶液（6.2.4）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，则补加一些氯化铵溶液（6.2.4）继续煮沸），烧杯内的土样用氯化铵溶液（6.2.4）洗入 100 mL 离心管中，以下步骤同 4.5.2.2~4.5.2.5。

注：称样量可根据土壤类型适当调整。

### 6.5.3 蒸馏滴定

同 4.5.3。

## 6.6 结果计算与表示

同 4.6。

NY/T XXXXX—XXXX

#### 6.7 精密度与正确度

同4.7。

#### 6.8 试验报告

同4.8。

---