

## 应用方案

### 土壤阳离子交换量测定方法

#### 实验原理

依据《LYT 1243-1999 森林土壤阳离子交换量的测定》。用1mol/L的乙酸铵溶液反复处理土壤，使土壤成为铵离子饱和土，过量的乙酸铵用95%乙醇洗去，然后加氧化镁进行蒸馏。蒸馏出的氨用硼酸溶液吸收，以标准酸液滴定，根据铵离子的量计算土壤阳离子交换量。

#### 仪器

K1160全自动凯氏定氮仪（阳离子交换量测定仪）  
分析天平（万分之一以上）  
离心机（100ml离心管）  
试剂配置参照《LYT 1243-1999 森林土壤阳离子交换量的测定》。



#### 试剂

盐酸分析纯， $c(\text{HCl})=0.1\text{mol/L}$ ，标准滴定液。  
1mol/L乙酸铵溶液：称取77.09g乙酸铵，用水溶解并稀释至近1L。必要时用1:1氨水或乙酸调节至 $\text{pH}7.0$ ，然后定容至1L。  
95%乙醇溶液  
液体石蜡（化学纯）  
氧化镁：将氧化镁放入镍蒸发皿内，在 $500\sim 600^\circ\text{C}$ 马福炉中灼烧30min，冷却后贮藏于密闭的玻璃器皿中。  
20g/L硼酸溶液：20g硼酸溶于1L无二氧化碳蒸馏水。  
溴甲酚绿-甲基红混合指示剂 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。  
pH缓冲溶液：67.5g氯化铵溶于无二氧化碳水中，加入新开瓶浓氨水570ml，用水稀释至1L，贮存于塑料瓶中，并注意防止吸收空气中的二氧化碳。  
K-B指示剂：0.5g酸性铬蓝K和1.0g萘酚绿与100g氯化钠（ $105^\circ\text{C}$ 烘至恒重）一同研磨匀，越细越好，贮于棕色瓶中。  
纳氏试剂：134g氢氧化钾溶于460ml水中，20g碘化钾溶于50ml水中加入约32g碘化汞，使溶液至饱和状态，然后将两溶液混合即成。  
1mol/L氯化铵溶液：53.5g氯化铵溶于水，并定容至1L。

## 实验过程

### 1) 离子交换

称取通过1mm筛孔的风干土样2g，放入100ml离心管中沿壁加入少量1mol/L乙酸铵溶液，用橡皮头玻璃搅拌土样，使其成为均匀的泥浆状态，再加入乙酸铵溶液至总体积约60ml，并充分搅拌均匀，然后用乙酸铵溶液洗净橡皮玻璃棒，溶液收入离心管内。

将离心管用乙酸铵溶液使之质量平衡，粗配平。平衡好的离心管对称放入离心机中，离心3-5min，转速3000r/min。

每次离心后的清液收集在250ml容量瓶中，如此用乙酸铵溶液处理2-3次，直到浸出液中无钙离子反应为止（检查钙离子：取浸出液5ml，放在试管中，加pH10缓冲溶液1ml，再加入少许K-B指示剂，如呈蓝色，表示无钙离子；如呈紫红色，表示有钙离子）。最后用乙酸铵溶液定容，保留离心清液用于测定交换性盐基。

### 2) 反复清洗

往载土的离心管中加入少量95%的乙醇，用橡皮玻璃棒搅拌土样，使其成为泥浆状态，再加乙醇约至60ml，用橡皮玻璃棒充分搅拌均匀，以便洗去土粒表面多余的乙酸铵，切不可有小土团存在。

然后将离心管用乙醇使之质量平衡，粗配平，并对称放入离心机中，离心3-5min，转速3000r/min，弃去乙醇溶液。如此反复用乙醇洗2-3次，直至最后一次乙醇清液中无铵离子为止（检查铵离子：取乙醇清液，立即加一滴纳氏试剂，如无黄色，表示无铵离子，也可用甲基红-溴甲酚绿混合指示剂进行检查）。

### 3) 上机测试

洗去多余的铵离子后，先用水冲洗离心管外壁，再往离心管中加入少量水，并搅拌成糊状，再用水将泥浆洗入消化管中，并用橡皮玻璃棒擦洗离心管内壁，使全部土样转入消化管中，洗入水的体积应控制在50-80ml。

消化管内加入2ml液体石蜡和1g左右氧化镁。立即把消化管装在仪器上，设置程序如下：

硼酸：25ml

蒸馏：5min

每份土样做不少于两次的平行的测定。同时做空白试验。

### 4) 仪器输出结果

仪器自动滴定并给出阳离子交换量含量，仪器内置计算公式如下：

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

式中：CEC: 阳离子交换量,cmol(+)/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<sub>0</sub>: 空白试验盐酸标准溶液的用量,mL;

m<sub>1</sub>: 风干土样质量, g;

K<sub>2</sub>: 将风干土换算成烘干土的换算系数;

10: 将mmol换算成cmol 的倍数。

## 测试结果

GBW07461(ASA-10)安徽潮土标准品6次平行测试。

理论值20±2

编号	取样量	滴定体积	阳离子交换量
1	2.0816g	4.2657ml	18.977cmol(+)/kg
2	2.1409g	4.7068ml	18.908cmol(+)/kg
3	2.1135g	4.6377ml	18.868cmol(+)/kg
4	2.0024g	4.4395ml	19.054cmol(+)/kg
5	2.0095g	4.5564ml	19.493cmol(+)/kg
6	2.1100g	4.9843ml	20.106cmol(+)/kg