

F-HZ-DZ-TR-0033

土壤—交换性钙和镁的测定—容量法

1 范围

本方法适用于酸性和中性土壤交换性钙和镁的测定。石灰性土壤是盐基饱和的土壤，目前无合适的测定方法。

2 原理

酸性和中性土壤中的交换性钙和镁，采用乙酸铵溶液交换，交换浸出液蒸干后，用盐酸溶解残渣，EDTA 容量法测定浸出液中的钙、镁量，即得土壤中交换性钙和镁的量。

3 试剂

3.1 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($\rho 0.90\text{g/mL}$) 570 mL，用无二氧化碳水稀释至 1000mL，贮于塑料瓶中，并防止吸入空气中的二氧化碳，缓冲溶液 pH10。

3.2 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。

3.3 EDTA 标准溶液：0.0100mol/L，称取已在 80℃烘干 2h 的乙二胺四乙酸二钠 3.7225g (EDTA, $\text{Na}_2\text{H}_2\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{O}_2\text{N}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)，精确至 0.0001g，溶于 1000mL 水中。

3.4 氢氧化钠溶液：2mol/L，称取 8.0g 氢氧化钠，溶于 100mL 无二氧化碳水中。

3.5 盐酸溶液，1+3。

3.6 氢氧化铵，1+1。

4 仪器

4.1 烧杯，200mL。

5 操作步骤

5.1 吸取两份 25.00mL 乙酸铵处理土样的浸出液(F-HZ-DZ-TR-0029 乙酸交换法测定阳离子交换量 5.1~5.2)，分别置于 200mL 烧杯中，低温蒸干。向蒸干的烧杯中加入 3 滴~5 滴盐酸溶液(1+3)溶解残渣，并加入少量水擦洗烧杯内壁，再加水使溶液总体积控制在 40mL 左右。

5.2 钙、镁含量的测定：取一份溶液，用氢氧化铵(1+1)中和至中性(pH 试剂检查)，加入 3.5mL 缓冲溶液，再加约 0.1g 酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 混合指示剂，用 EDTA 标准溶液滴定至纯蓝色为终点。同时做空白试验。

5.3 钙量的测定：取另一份溶液，用氢氧化钠溶液(2mol/L)调节至 pH12，加入 0.1g 酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 混合指示剂，用 EDTA 标准溶液滴定至纯蓝色为终点。同时做空白试验。

注：如乙酸铵浸出液中有漂浮的枯枝落叶等粗有机质，应先过滤后进行测定。否则这些有机质中的钙、镁经蒸干后加盐酸溶解时，也被溶解进入溶液中，影响交换性钙和镁的测定结果。

6 结果计算

土壤交换性钙按(1)式计算，交换性镁按(2)式计算：

$$E(1/2\text{Ca}^{2+}) = \frac{(V_2 - V_4) \times C \times 2 \times t}{m \times K \times 10} \times 1000 \dots\dots(1)$$

$$E(1/2\text{Mg}^{2+}) = \frac{[(V_1 - V_3) - (V_2 - V_4)] \times C \times 2 \times t}{m \times K \times 10} \times 1000 \dots\dots(2)$$

式中：

$E(1/2\text{Ca}^{2+})$ ——交换性钙量，c mol/kg；

$E(1/2\text{Mg}^{2+})$ ——交换性镁量，c mol/kg；

- V_1 ——滴定钙镁含量 EDTA 标准溶液用量, mL;
 V_2 ——滴定钙量 EDTA 标准溶液用量, mL;
 V_3 ——滴定钙镁含量空白试验 EDTA 标准溶液用量, mL;
 V_4 ——滴定钙量空白试验 EDTA 标准溶液用量, mL;
 C ——EDTA 标准溶液浓度 (换算为 $1/2Ca^{2+}$ 或 $1/2Mg^{2+}$ 的摩尔浓度时乘 2), mol/L;
 t ——分取倍数 (浸出液总体积 250mL/吸取浸出液体积);
 m ——风干土样质量, g;
 K ——风干土样换算成烘干土样的水分换算系数;
 10 ——m mol 换算成 c mol 倍数。

7 允许差

试样进行两份平行测定, 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 交换性钙和镁的测定允许差

交换性钙和镁总量 c mol/kg	允许差 c mol/kg
>30	>3
10~30	1~3
1~10	0.2~1
<1	<0.2

8 参考文献

- [1] LY/T1245-1999. 森林土壤交换性钙和镁的测定.
- [2] 孙鸿烈, 刘光崧. 土壤理化分析与剖面描述. 北京: 中国标准出版社. 1996, 27.
- [3] 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, 30.