

# NY

## 中华人民共和国农业行业标准

NY/T 1121.13—2006

### 土壤检测

### 第 13 部分：土壤交换性钙和镁的测定

Soil Testing

Part 13: Method for determination of soil exchangeable calcium and magnesium

2006-07-10 发布

2006-10-01 实施



中华人民共和国农业部 发布

## 前 言

NY/T 1121 《土壤检测》为系列标准,包括以下部分:

- 第1部分:土壤样品的采集、处理和贮存
- 第2部分:土壤 pH 的测定
- 第3部分:土壤机械组成的测定
- 第4部分:土壤容重的测定
- 第5部分:石灰性土壤阳离子交换量的测定
- 第6部分:土壤有机质的测定
- 第7部分:酸性土壤有效磷的测定
- 第8部分:土壤有效硼的测定
- 第9部分:土壤有效钼的测定
- 第10部分:土壤总汞的测定
- 第11部分:土壤总砷的测定
- 第12部分:土壤总铬的测定
- 第13部分:土壤交换性钙和镁的测定
- 第14部分:土壤有效硫的测定
- 第15部分:土壤有效硅的测定
- 第16部分:土壤水溶性盐总量的测定
- 第17部分:土壤氯离子含量的测定
- 第18部分:土壤硫酸根离子含量的测定

.....

本部分为 NY/T 1121 的第 13 部分。

本部分由中华人民共和国农业部提出并归口。

本部分起草单位:全国农业技术推广服务中心、湖南省土壤肥料工作站、江西省土壤肥料技术推广站。

本部分主要起草人:辛景树、田有国、任意、黄铁平、邵华、郑磊。

## 土壤检测

## 第13部分:土壤交换性钙和镁的测定

## 1 应用范围

本部分适用于酸性、中性土壤交换性钙镁的测定。

## 2 方法提要

以乙酸铵为土壤交换剂,浸出液中的交换性钙、镁,可直接用原子吸收分光光度法测定。测定时所用的钙、镁标准溶液中要同时加入同量的乙酸铵溶液,以消除基本效应。此外,在土壤浸出液中,还要加入释放剂锶(Sr),以消除铝、磷和硅对钙测定的干扰。

## 3 主要仪器和设备

3.1 原子吸收分光光度计,钙、镁空心阴极灯

3.2 离心机(3 000r/min~4 000r/min)

3.3 离心管(100 mL)

## 4 试剂和溶液

本试验方法所用试剂和水,除特殊注明外,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的二级水,所述溶液如未指明溶剂,均系水溶液。

4.1 乙酸铵溶液[ $c(\text{CH}_3\text{COONH}_4) = 1 \text{ mol/L}$ , pH7.0]

称取乙酸铵( $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ )77.09 g 溶于 950 mL 水中,用(1+1)氨水溶液(4.2)和稀乙酸调节至 pH7.0,加水稀释到 1L,摇匀。

## 4.2 (1+1)氨水溶液

## 4.3 (1+1)盐酸溶液

4.4 氯化锶溶液[ $\rho(\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}) = 30 \text{ g/L}$ ]

称取氯化锶( $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ )30 g 溶于水,用水稀释到 1L,摇匀。

## 4.5 pH10 缓冲溶液

称取 67.5 g 氯化铵溶于无二氧化碳水中,加入新开瓶的 570 mL 浓氨水( $\rho = 0.090 \text{ g/mL}$ ),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。

4.6 钙标准贮备溶液[ $\rho(\text{Ca}) = 1 \text{ g/L}$ ]

称取 2.497 2 g 经 110℃ 烘 4 h 的碳酸钙( $\text{CaCO}_3$ , 基准试剂)于 250 mL 高型烧杯中,加少许水,盖上表面皿,小心从杯嘴处加入 100 mL(1+1)盐酸溶液(4.3)溶解,待反应完全后,用水洗净表面皿,小心煮沸赶去二氧化碳,无损将溶液移入 1L 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.7 钙标准溶液[ $\rho(\text{Ca}) = 100 \text{ mg/L}$ ]

吸取 10.00 mL 钙标准贮备溶液(4.6)于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液含钙(Ca)100 mg/L。

4.8 镁标准贮备溶液[ $\rho(\text{Mg}) = 0.5 \text{ g/L}$ ]

称取 0.500 0 g 金属镁(光谱纯)于 250 mL 高型烧杯中,盖上表面皿,小心从杯嘴处加入 100 mL(1

+1) 盐酸溶液(4.3)溶解,用水洗净表面皿,无损将溶液移入 1 L 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

#### 4.9 镁标准溶液[ $\rho(\text{Mg}) = 50 \text{ mg/L}$ ]

吸取 10.00 mL 镁标准贮备溶液(4.8)于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液含镁(Mg)50 mg/L。

#### 4.10 K-B 指示剂

称取 0.5 g 酸性铬蓝 K 和 1.0 g 萘酚绿 B( $\text{C}_{30}\text{H}_{15}\text{N}_3\text{Na}_3\text{Fe}$ )与 100 g 经 105℃ 烘干的氯化钠一同研磨匀,越细越好,贮于棕色瓶中。

### 5 分析步骤

#### 5.1 试液制备

称取 2.00 g(质地轻的土壤称 5.00 g)通过 2 mm 筛孔的风干试样于 100 mL 离心管中,沿离心管壁加入少量乙酸铵溶液(4.1),用橡皮头玻璃棒搅拌土样,使成为均匀的泥浆状。再加入乙酸铵溶液至总体积约 60 mL,并充分搅拌均匀。用乙酸铵溶液(4.1)洗净橡皮头玻璃棒,溶液收入离心管内。

将离心管成对放在粗天平的两盘上,加乙酸铵溶液(4.1)使其平衡。将平衡好的离心管对称放入离心机(3.2)中,离心 3 min~5 min,清液收集在 250 mL 容量瓶中。如此用乙酸铵溶液处理 2 次~3 次,直至浸出液中无钙离子反应为止[检查钙离子:取 5 mL 浸出液于试管中,加 1 mL pH10 缓冲溶液(4.5),再加少许 K-B 指示剂(4.10),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。

#### 5.2 测定

吸取 20.00 mL 试液(5.1)于 50 mL 容量瓶中,加入 5.0 mL 氯化锶溶液(4.4),用乙酸铵溶液(4.1)稀释至刻度,摇匀。直接在原子吸收分光光度计上按钙、镁的测定要求调节仪器进行测定。读取吸光度或浓度值。

#### 5.3 绘制标准曲线

##### 5.3.1 钙、镁混合标准系列溶液[其中含钙 0 mg/L~10 mg/L,含镁 0 mg/L~4 mg/L]

分别吸取 0 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 含钙(Ca)100 mg/L 的标准溶液(4.7)于 6 个 100 mL 容量瓶中;另分别吸取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL 含镁(Mg)50 mg/L 的标准溶液(4.9)于上述相应容量瓶中,各加入 10.00 mL 氯化锶溶液(4.4),用乙酸铵溶液(4.1)稀释至刻度,摇匀。即为含钙(Ca)0.00 mg/L、2.00 mg/L、4.00 mg/L、6.00 mg/L、8.00 mg/L、10.00 mg/L 和含镁(Mg)0.00 mg/L、0.50 mg/L、1.00 mg/L、2.00 mg/L、3.00 mg/L、4.00 mg/L 的钙、镁混合标准系列溶液。

##### 5.3.2 绘制标准曲线

在原子吸收分光光度计上,与试液同条件测定。读取吸光度绘制标准曲线或求出一元直线回归方程,再计算浓度值,或从仪器上直接读取浓度值。

### 6 结果计算

交换性钙、镁的质量分数按式(1)、式(2)计算:

$$\text{交换性钙} \left( \frac{1}{2} \text{Ca}^{2+} \right), \text{cmol/kg} = \frac{\rho \times V \times D \times 100}{m \times 20.04 \times 1000} \dots\dots\dots (1)$$

$$\text{交换性镁} \left( \frac{1}{2} \text{Mg}^{2+} \right), \text{cmol/kg} = \frac{\rho \times V \times D \times 100}{m \times 12.15 \times 1000} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$\rho$  ——从标准曲线上查得测读液的钙(或镁)浓度,单位为毫克每升(mg/L);

$V$  ——测定液体积,单位为毫升(mL),本方法为 50 mL;

- $D$  ——分取倍数,  $D = \text{浸出液总体积} / \text{吸取浸出液体积} = 250 / 20$ ;
- 20.04 ——钙( $1/2\text{Ca}^{2+}$ )离子的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);
- 12.15 ——镁( $1/2\text{Mg}^{2+}$ )离子的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);
- 1 000 ——将 mL 换算成 L 的系数;
- $m$  ——风干试样质量,单位为克(g)。
- 重复试验测定结果以算术平均值表示,保留一位小数。

## 7 精密度

重复试验测定结果的允许相对相差为:

测定值, cmol/kg	相对相差, %
$\leq 10$	$\leq 10\%$
10~30	$\leq 5\%$
$\geq 30$	$\leq 3\%$

## 8 注释

土壤浸出液中如有漂浮的枯枝落叶等物,要先过滤除去,避免阻塞喷雾装置。

