



中华人民共和国国家标准

GB/T XXXXX—XXXX

土壤交换性盐基及盐基总量的测定

Determination of exchangeable bases and total bases in
soil

(点击此处添加与国际标准一致性程度的标识)

(征求意见稿)

(本草案完成时间：2025.4.10)

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。

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

目 次

前 言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 土壤样品的采集和保存	1
5 酸性和中性土壤交换性盐基及盐基总量的测定	1
6 石灰性土壤交换性盐基及盐基总量的测定	3
7 结果计算	5
8 结果表示	6
9 检出限与定量限	6
10 质量保证和控制	6
11 试验报告	7
附 录 A （资料性） 仪器推荐参数	8
附 录 B （资料性） 待测元素标准溶液质量浓度	9
附 录 C （资料性） 方法检出限和定量限	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。

本文件由中华人民共和国农业农村部提出。

本文件由全国土壤质量标准化技术委员会（SAC/TC 404）归口。

本文件起草单位：中国科学院南京土壤研究所 等

本文件主要起草人：

土壤交换性盐基及盐基总量的测定

1 范围

本文件规定了乙酸铵提取-中和滴定法测定酸性和中性土壤交换性盐基总量。

本文件规定了乙酸铵提取-电感耦合等离子体发射光谱法测定酸性和中性土壤的交换性钙、镁、钠、钾。

本文件规定了氯化铵+乙醇提取-电感耦合等离子体发射光谱法测定石灰性土壤的交换性钙、镁、钠、钾。

本文件适用于 $\text{pH} \leq 7.5$ 的酸性和中性土壤交换性盐基及盐基总量的测定。

本文件适用于 $\text{pH} > 7.5$ 的石灰性土壤交换性盐基及盐基总量的测定。

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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和实验方法

GB/T 27417 合格评定 化学分析方法确认和验证指南

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

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 土壤样品的采集和保存

按照NY/T 1121.1-2006要求采集、预处理和保存。

5 酸性和中性土壤交换性盐基及盐基总量的测定

5.1 方法原理

土壤样品用 $\text{pH} 7.0$ 的 1 mol/L 乙酸铵溶液交换处理，其交换液经蒸干、灼烧，使乙酸铵分解逸去，其他的乙酸盐（交换出来的金属离子组成的盐）转化为碳酸盐或氧化物。残渣溶解于一定量的 0.1 mol/L 盐酸溶液中，过量的盐酸溶液以 0.05 mol/L 氢氧化钠标准溶液滴定，以消耗的氢氧化钠量计算交换性盐基总量；样品交换液注入电感耦合等离子体发射光谱仪后，目标元素在等离子体火炬中被气化、电离、激发并辐射出特征谱线，在一定浓度范围内，其特征谱线的强度与元素的浓度成正比。

5.2 试剂与材料

除非另有说明，分析时均使用符合GB/T 37885的分析纯试剂。

5.2.1 水：符合 GB/T 6682 中二级水的要求。

5.2.2 氨水溶液:1+2。

5.2.3 乙酸溶液:1+2。

5.2.4 乙酸铵溶液[$c(\text{CH}_3\text{COONH}_4) = 1 \text{ mol/L}$]：称取 77.08 g 乙酸铵，用水溶解并稀释至近 1 L，用氨水（5.2.2）或乙酸溶液（5.2.3）调节 pH 至 7.0，然后定容至 1 L。

5.2.5 pH 10 缓冲溶液：称取 33.75 g 氯化铵溶于无 CO_2 水中，加新开瓶的浓氨水（ $\rho = 0.90 \text{ g/mL}$ ）285 mL，用无 CO_2 水稀释至 500 mL，贮于塑料中。

5.2.6 盐酸溶液[$c(\text{HCl}) = 0.1 \text{ mol/L}$]：移取 8.6 mL 浓盐酸（ $\rho = 1.19 \text{ g/mL}$ ），用无 CO_2 水定容至 1 L。

5.2.7 氢氧化钠标准溶液[$c(\text{NaOH}) = 0.05 \text{ mol/L}$]：配制及标定参照 GB/T 601，也可购买市售有证标准溶液。

5.2.8 标准贮备溶液（ $\rho = 1000 \text{ mg/L}$ ）：钙（Ca）、镁（Mg）、钠（Na）、钾（K）标准溶液可购买市售有证单元素或多元素标准贮备溶液。

5.2.9 甲基红指示剂：称取 0.1 g 甲基红溶于 100 mL 95%乙醇中。

5.2.10 钙镁混合指示剂：称取 0.5 g 酸性铬蓝 K 与 1.0 g 萘酚绿 B，加 100 g 氯化钠，在玛瑙研钵中充分研磨混匀，贮于棕色瓶中备用。

5.2.11 氩气： $\varphi(\text{Ar}) \geq 99.995\%$ 。

5.3 仪器与设备

5.3.1 天平：精度为 0.01 g。

5.3.2 塑料离心管：100 mL。

5.3.3 离心机：离心力 $\geq 3000 \text{ g}$ 。

5.3.4 马弗炉。

5.3.5 水浴锅。

5.3.6 瓷蒸发皿：100 mL。

5.3.7 滴定管/仪：体积 $\geq 10 \text{ mL}$ ，最小分度 0.02-0.05 mL。

注：滴定器具符合滴定分析实验规范，且具有有效校准证书。

5.3.8 电感耦合等离子体发射光谱仪。

5.4 试验步骤

5.4.1 样品交换液的制备

5.4.1.1 称取通过 2 mm 孔径筛的风干土壤样品 2 g (精确至 0.01 g), 放入 100 mL 离心管中, 加约 40 mL 乙酸铵溶液 (5.2.4), 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 (5.2.4) 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, 离心后的上清液收集在 250 mL 容量瓶中。

注1: 称样量可根据土壤类型适当调整, 如黑土称 1 g, 砂土称 10 g。

注2: 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。

5.4.1.2 如上述步骤用乙酸铵溶液 (5.2.4) 少量多次处理, 直至交换液中无 Ca^{2+} 反应为止 (Ca^{2+} 检查: 取交换液 5 mL, 放在试管中, 加 pH 10 的缓冲溶液 (5.2.5) 1 mL, 再加少许钙镁混合指示剂 (5.2.10), 若呈蓝色, 表示无 Ca^{2+} ; 若呈紫红色, 表示有 Ca^{2+})。交换液用 1 mol/L 乙酸铵溶液 (5.2.4) 定容至 250 mL, 备用。

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 Ca^{2+} 。

5.4.1.3 同时做空白试验。除不加土壤样品外, 其他步骤操作与 5.4.1.1、5.4.1.2 相同。

5.4.2 盐基离子的测定

5.4.2.1 电感耦合等离子体发射光谱仪工作条件根据仪器操作手册进行优化, 主要技术指标推荐参数见附录 A 中表 A.1。

5.4.2.2 校准曲线绘制: 分别移取一定体积的标准贮备溶液 (5.2.8), 用乙酸铵溶液 (5.2.4) 进行逐级稀释, 配制成标准系列质量浓度, 参见附录 B 中表 B.1。以盐基离子质量浓度为横坐标, 发射强度值为纵坐标, 绘制校准曲线。

5.4.2.3 在与建立校准曲线相同条件下, 测定交换液中钙、镁、钠、钾的浓度。若待测元素浓度超出校准曲线范围, 样品需稀释后重新测定, 或重新配制校准曲线。

5.4.3 盐基总量的测定

5.4.3.1 量取上述交换液 100.00 mL 一次或多次倒入瓷蒸发皿中, 在水浴锅中蒸干。蒸干后, 将瓷蒸发皿放入马弗炉中 500 °C 灼烧 15 min。冷却后取出蒸发皿, 准确加入 5.00 mL 盐酸溶液 (5.2.6), 低温 (40°C) 水浴加热 5 min, 用带橡皮头玻璃棒小心擦洗瓷蒸发皿内部, 溶解残余物。用除去 CO_2 的水转入 150 mL 玻璃锥形瓶中, 加 2 滴甲基红指示剂 (5.2.9), 用氢氧化钠标准溶液 (5.2.7) 滴定至突变为黄色。

注1: 量取交换液蒸干时可根据其含量适当调整体积。

注2: 使用马弗炉时严格按照仪器操作手册执行, 注意高温、小心烫伤。

注3: 无 CO_2 水需新制现用。

注4: 对于滴定终点颜色不易判断的样品, 可借助 pH 计。

6 石灰性土壤交换性盐基及盐基总量的测定

6.1 方法原理

石灰性土壤中钙、镁、钠、钾除了以水溶盐形态存在外, 还有一部分被土壤胶体吸附, 同时还有大量的游离碳酸钙、碳酸镁等难溶盐。采用乙醇溶液 [$\varphi(\text{C}_2\text{H}_5\text{OH})=70\%$] 洗去土壤中易溶的氯化物和硫酸盐, 然后用 pH 8.5 的氯化铵 [$c(\text{NH}_4\text{Cl})=0.1 \text{ mol/L}$]—乙醇溶液 [$\varphi(\text{C}_2\text{H}_5\text{OH})=70\%$] 进行交换处理, 交换出土壤胶体吸附的钙、镁、钠、钾。较低浓度的氯化铵交换剂可减低其盐效应作用, 较高的 pH 值和较高的乙醇浓度可抑制难溶碳酸盐及石膏的溶解。

采用电感耦合等离子体发射光谱法测定交换性钙、镁、钠、钾离子，其总和即为石灰性土壤交换性盐基总量。

6.2 试剂和材料

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 氨水溶液：1+2。

6.2.3 盐酸溶液：1+5。

6.2.4 硝酸溶液：2+98。

6.2.5 乙醇溶液[φ (C₂H₅OH) =70%]: 量取700 mL无水乙醇，用水稀释至1000 mL。

6.2.6 氯化铵[c (NH₄Cl) =0.1 mol/L]-乙醇[φ (C₂H₅OH) =70%]交换液：称取5.35 g氯化铵溶于950 mL乙醇溶液(6.2.5)中，以氨水溶液(6.2.2)或盐酸溶液(6.2.3)调节pH至8.5，再用乙醇溶液(6.2.5)稀释至1000 mL。

6.2.7 硝酸银溶液[ρ (AgNO₃) =50 g/L]: 称取5.00 g硝酸银溶于100 mL水，贮于棕色瓶中。

6.2.8 氯化钡溶液[ρ (BaCl₂) =100 g/L]: 称取10.00 g氯化钡溶于100 mL水中。

6.2.9 标准贮备溶液(ρ =1000 mg/L): 钙(Ca)、镁(Mg)、钠(Na)、钾(K)标准溶液可购买市售有证单元素或多元素标准贮备溶液。

6.2.10 滤纸：中速、 Φ 12.5/15 cm。

6.3 仪器与设备

6.3.1 天平：精度为0.01 g。

6.3.2 振荡机：振荡频率150 r/min~180 r/min。

6.3.3 电热板。

6.3.4 高型烧杯：100/150 mL。

6.3.5 电感耦合等离子体发射光谱仪。

6.4 试验步骤

6.4.1 样品交换液的制备

6.4.1.1 称取通过2 mm孔径筛的风干土壤样品5 g(精确到0.01 g)，放入250 mL玻璃锥形瓶中，加50 mL乙醇溶液(6.2.5)，以150 r/min~180 r/min振荡30 min后，静置过夜。

6.4.1.2 将土壤转移至放有滤纸的漏斗中，用30 mL乙醇溶液(6.2.5)淋洗，待淋洗液滤干，再加入30 mL乙醇溶液(6.2.5)继续淋洗，重复数次，至无Cl⁻和SO₄²⁻反应为止(Cl⁻检查：承接滤液1 mL于小试管中，加硝酸银溶液(6.2.7)数滴，若无白色沉淀产生，表示Cl⁻已洗净；SO₄²⁻检查：另取1 mL滤液，加一滴盐酸溶液(6.2.3)和几滴氯化钡溶液(6.2.8)，摇匀，5 min后观察，若无浑浊出现，表示SO₄²⁻已洗净)。

6.4.1.3 取出滤纸及土壤，立刻置于 250 mL 玻璃锥形瓶中，加 100 mL 交换液（6.2.6），以 150 r/min~180 r/min 振荡 30 min 后，过滤到 250 mL 容量瓶中，用交换液（6.2.6）继续淋洗，方法同上，直至近容量瓶刻度，定容摇匀。

注：将滤纸和土壤完全转移至玻璃锥形瓶内，避免滤纸包裹土壤导致交换结果偏低。

6.4.1.4 同时做空白试验。除不加土壤样品外，其他步骤操作与 6.4.1.1、6.4.1.2、6.4.1.3 相同。

6.4.1.5 量取 25 mL 交换液于高型烧杯中，在电热板上蒸干交换液，用硝酸溶液（6.2.4）溶解定容于 25 mL 容量瓶中，待测。

注：蒸干交换液中乙醇的处理过程中，加热温度不宜过高，根据加热设备调试温度保持溶液微沸即可，近干时立即取出，防止盐分溅出。

6.4.2 盐基离子的测定

6.4.2.1 电感耦合等离子体发射光谱仪工作条件根据仪器操作手册进行优化，主要技术指标推荐参数见附录 A 中表 A.1。

6.4.2.2 校准曲线绘制：分别移取一定体积的标准贮备溶液（6.2.9），用硝酸溶液（6.2.4）进行逐级稀释，配制成标准系列质量浓度，参见附录 B 中表 B.1。以盐基离子质量浓度为横坐标，发射强度值为纵坐标，绘制校准曲线。

6.4.2.3 在与建立校准曲线相同条件下，测定交换性钙、镁、钠、钾的浓度。若样品中待测元素浓度超出校准曲线范围，样品需稀释后重新测定，或重新配制校准曲线。

6.4.3 盐基总量的测定

石灰性土壤交换性钙、镁、钠、钾之和即为交换性盐基总量。

7 结果计算

7.1 酸性和中性土壤交换性盐基总量按公式（1）计算：

$$Q_{(+, b)} = \frac{c \times (V_1 - V_2) \times t_s}{m \times 10} \times 1000 \dots \dots \dots (1)$$

式中：

$Q_{(+, b)}$ ——土壤交换性盐基总量，单位为厘摩尔每千克（cmol/kg）；

c ——氢氧化钠标准溶液浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

V_1 ——空白样品氢氧化钠标准溶液用量，单位为毫升（mL）；

V_2 ——土壤样品氢氧化钠标准溶液用量，单位为毫升（mL）；

t_s ——稀释倍数，即交换液总体积与吸取液体积之比；

m ——风干土壤样品质量，单位为克（g）。

7.2 土壤交换性钙、镁、钠、钾按下列公式（2）、（3）、（4）、（5）计算：

$$b(1/2 \text{Ca}^{2+}) = \frac{\rho(\text{Ca}) \times V \times t_s}{m \times 20.04 \times 10} \dots \dots \dots (2)$$

$$b(1/2 \text{Mg}^{2+}) = \frac{\rho(\text{Mg}) \times V \times t_s}{m \times 12.16 \times 10} \dots \dots \dots (3)$$

$$b(\text{Na}^+) = \frac{\rho(\text{Na}) \times V \times t_s}{m \times 22.99 \times 10} \dots \dots \dots (4)$$

$$b(\text{K}^+) = \frac{\rho(\text{K}) \times V \times t_s}{m \times 39.10 \times 10} \dots\dots\dots (5)$$

式中：

$b(1/2\text{Ca}^{2+})$ 、 $b(1/2\text{Mg}^{2+})$ 、 $b(\text{Na}^+)$ 、 $b(\text{K}^+)$ ——分别为土壤交换性钙、镁、钠、钾含量，单位为厘摩尔每千克（ cmol/kg ）；

$\rho(\text{Ca})$ 、 $\rho(\text{Mg})$ 、 $\rho(\text{K})$ 、 $\rho(\text{Na})$ ——分别为查校准曲线而得待测液中钙、镁、钠、钾的浓度，单位为毫克每升（ mg/L ）；

20.04、12.16、39.10、22.99 ——分别为钙（ $1/2\text{Ca}^{2+}$ ）、镁（ $1/2\text{Mg}^{2+}$ ）、钾（ K^+ ）、钠（ Na^+ ）的摩尔质量，单位为克每摩尔（ g/mol ）；

V ——待测液定容体积，单位为毫升（ mL ）；

m ——称取风干土壤样品的质量，单位为克（ g ）；

t_s ——稀释倍数，即交换液总体积与吸取液体积之比；

10 ——毫摩尔每千克换算为厘摩尔每千克的换算系数。

8 结果表示

平行测试结果用算术平均值表示。结果保留两位小数，最多不超过三位有效数字。

9 检出限与定量限

本文件按照GB/T 27417-2017方法进行计算。酸性和中性土壤称样量2.00 g、石灰性土壤称样量5.00 g，定容体积250 mL时，检出限和定量限见附录C中的表C.1。

10 质量保证和控制

10.1 空白实验

每批样品中至少含有3个空白样品。除无土壤外，其他操作过程完全相同。

10.2 校准有效性检查

样品分析应绘制校准曲线，校准曲线的相关系数不小于0.999。

每分析20个样品或每批次（少于20个样品）应选用一个校准曲线的中间浓度标准溶液进行校准核查，其测定结果与校准曲线该点浓度的相对偏差不大于10%，否则应重新绘制校准曲线。

10.3 正确度

测试每批样品应包含至少2个有证标准物质/标准样品作为质量控制，质控样交换性盐基总量和交换性钙、镁、钾测定结果与标准值的相对误差不大于15%，交换性钠测定结果与标准值的相对误差不大于20%。

10.4 精密度

测试每批样品应包含样品总数10%的平行样品（少于10个样品，也至少1个平行样品）。

交换性盐基总量：<5 cmol/kg 时，实验室内相对标准偏差不高于10%；>5 cmol/kg 时，实验室内相对标准偏差不高于5%。

交换性钙：实验室内相对标准偏差不高于 5%。

交换性镁：实验室内相对标准偏差不高于 5%。

交换性钠：<0.3 cmol/kg 时，实验室内相对标准偏差不高于 20%；0.3-0.5 cmol/kg 时，实验室内相对标准偏差不高于 10%；>0.5 cmol/kg 时，实验室内相对标准偏差不高于 5%。

交换性钾：<1 cmol/kg 时，实验室内相对标准偏差不高于 10%；>1 cmol/kg 时，实验室内相对标准偏差不高于 5%。

11 试验报告

试验报告至少包含以下内容：

——报告的唯一标别编号；

——本文件编号；

——样品信息；

——结果；

——实验日期。

附录 A
(资料性)
仪器推荐参数

电感耦合等离子体发射光谱仪测定土壤交换性钙、镁、钠、钾时，推荐仪器主要指标的技术参数见表A.1。

表A.1 仪器主要指标推荐参数

参数名称	参数
观察方式	径向
发射功率 (W)	1400
载气流量 (L/min)	0.7
辅助气流量 (L/min)	0.4
等离子流量 (L/min)	15.0

附录 B

(资料性)

待测元素标准溶液质量浓度

元素标准溶液系列质量浓度见表B.1。

表B.1 元素标准系列质量浓度

序号	元素	标准系列质量浓度 (mg/L)						
		系列 1	系列 2	系列 3	系列 4	系列 5	系列 6	系列 7
1	Ca	0.0	5.0	10.0	20.0	30.0	40.0	50.0
2	Mg	0.0	1.0	2.0	4.0	8.0	10.0	20.0
3	Na	0.0	0.5	1.0	2.0	4.0	6.0	8.0
4	K	0.0	1.0	2.0	4.0	6.0	8.0	10.0

附 录 C
(资料性)
方法检出限和定量限

推荐方法检出限和定量限见表C.1。

表C.1 方法检出限与定量限

适用范围	项目	检出限	定量限
		cmol/kg	cmol/kg
酸性和中性土壤	交换性盐基总量	1.47	2.73
	交换性钙	0.09	0.15
	交换性镁	0.17	0.18
	交换性钠	0.09	0.12
	交换性钾	0.09	0.13
石灰性土壤	交换性盐基总量	0.30	0.37
	交换性钙	0.10	0.13
	交换性镁	0.03	0.04
	交换性钠	0.13	0.18
	交换性钾	0.04	0.06