

HJ

中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 649—2013

土壤 可交换酸度的测定

氯化钾提取-滴定法

Soil—Determination of exchangeable acidity by potassium chloride
extraction-Titration method

2013-06-03 发布

2013-09-01 实施

环 境 保 护 部 发 布

中华人民共和国环境保护部 公告

2013 年 第 33 号

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》，保护环境，保障人体健康，规范环境监测工作，现批准《环境空气和废气 气相和颗粒物中多环芳烃的测定 气相色谱-质谱法》等五项标准为国家环境保护标准，并予发布。

标准名称、编号如下：

- 一、《环境空气和废气 气相和颗粒物中多环芳烃的测定 气相色谱-质谱法》(HJ 646—2013)；
- 二、《环境空气和废气 气相和颗粒物中多环芳烃的测定 高效液相色谱法》(HJ 647—2013)；
- 三、《水质 硝基苯类化合物的测定 液液萃取/固相萃取-气相色谱法》(HJ 648—2013)；
- 四、《土壤 可交换酸度的测定 氯化钾提取-滴定法》(HJ 649—2013)；
- 五、《土壤、沉积物 二噁英类的测定 同位素稀释/高分辨气相色谱-低分辨质谱法》(HJ 650—2013)。

以上标准自 2013 年 9 月 1 日起实施，由中国环境出版社出版，标准内容可在环境保护部网站 (<http://bz.mep.gov.cn>) 查询。

自以上标准实施之日起，由原国家环境保护局批准、发布的下列国家环境保护标准废止，标准名称、编号如下：

《水质 硝基苯、硝基甲苯、硝基氯苯、二硝基甲苯的测定 气相色谱法》(GB 13194—91)
特此公告。

环境保护部
2013 年 6 月 3 日

目 次

前 言.....	iv
1 适用范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 术语和定义.....	1
4 方法原理.....	1
5 试剂和材料.....	1
6 仪器和设备.....	2
7 样品.....	2
8 分析步骤.....	3
9 结果计算与表示.....	3
10 精密度.....	4
11 质量保证和质量控制.....	4
12 注意事项.....	4

前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》，保护环境，保障人体健康，规范土壤中可交换酸度的监测方法，制定本标准。

本标准规定了土壤中可交换酸度测定的氯化钾提取-滴定法。

本标准适用于酸性土壤中可交换酸度的测定。

本标准为首次发布。

本标准由环境保护部科技标准司组织制订。

本标准主要起草单位：营口市环境监测中心站、环境保护部环境标准研究所。

本标准验证单位：大连市环境监测中心、鞍山市环境监测中心站、铁岭市环境监测中心站、锦州市环境监测中心站、盘锦市环境保护站。

本标准环境保护部 2013 年 6 月 3 日批准。

本标准自 2013 年 9 月 1 日起实施。

本标准由环境保护部解释。

土壤 可交换酸度的测定 氯化钾提取-滴定法

1 适用范围

本标准规定了测定土壤中可交换酸度的氯化钾提取-滴定法。

本标准适用于酸性土壤中可交换酸度的测定。

当取 5.00 g 试样提取定容至 250 ml 时，方法检出限为 0.10 mmol/kg，方法测定下限为 0.40 mmol/kg。

2 规范性引用文件

本标准引用了下列文件中的条款。凡是未注明日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

HJ 613 土壤 干物质和水分的测定 重量法

HJ/T 166 土壤环境监测技术规范

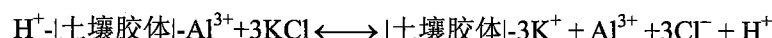
3 术语和定义

可交换酸度 exchangeable acidity

用中性盐溶液提取土壤，将土壤胶体上吸附的氢离子和铝离子交换下来，使之进入溶液，然后用氢氧化钠标准溶液滴定，滴定结果称为可交换酸度。

4 方法原理

提取原理：用适量氯化钾溶液反复淋洗土壤样品，使得土壤胶体上可交换铝和可交换氢被钾离子交换，形成氢离子和三价铝离子进入溶液。其交换过程用下式表示：



可交换酸度的测定：提取完样品后，取一部分土壤淋洗液，用氢氧化钠标准溶液直接滴定，所得结果为可交换酸度。

可交换铝的测定：提取完样品后，另取一部分土壤提取液，加入适量氟化钠溶液，使氟离子与铝离子形成络合物， Al^{3+} 被充分络合，再用氢氧化钠标准溶液滴定，所得结果为可交换氢。可交换酸度与可交换氢的差值为可交换铝。

5 试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准的分析纯试剂，实验用水为新鲜煮沸蒸馏水。

5.1 新鲜煮沸蒸馏水

将蒸馏水在烧杯中煮沸蒸发（蒸发量 10%），加盖冷却后密封备用，应现用现制。

5.2 盐酸溶液： $c(\text{HCl})=1.0 \text{ mol/L}$

取 83 ml 浓盐酸（ $\rho=1.19 \text{ g/ml}$ ）用水稀释到 1 L。

HJ 649—2013

5.3 氯化钾溶液: $c(\text{KCl})=1.0 \text{ mol/L}$

称取 74.55 g 氯化钾, 溶于水中, 移入 1 L 容量瓶中, 加水稀释至标线, 混匀。

5.4 邻苯二甲酸氢钾标准溶液: $c(\text{C}_8\text{H}_5\text{K}_2\text{O}_4)=0.01 \text{ mol/L}$

称取已通过 105~110℃ 干燥的基准试剂邻苯二甲酸氢钾 0.5106 g 溶于适量水中, 移入 250 ml 容量瓶中, 加水 (5.1) 稀释至标线, 混匀。

5.5 氢氧化钠标准溶液: $c(\text{NaOH})=0.01 \text{ mol/L}$

称取 0.4 g 氢氧化钠溶于适量水中, 待溶液冷却后移入 1 L 容量瓶, 稀释至标线, 混匀, 贮存于聚乙烯塑料容器中。用邻苯二甲酸氢钾标准溶液 (5.4) 进行标定。

标定方法: 吸取邻苯二甲酸氢钾标准溶液 (5.4) 25.00 ml 于烧杯中, 在烧杯中放入搅拌子, 插入电极时用氢氧化钠溶液 (5.5) 滴定。直到 pH 值达到 7.80 ± 0.08 , 稳定 30 s。同时做空白试验。连续测定 3 次, 取 3 次标定结果的平均值。

氢氧化钠标准溶液浓度按照式 (1) 进行计算。

$$c_1 = \frac{c_2 \times V_2}{V_1 - V_0} \quad (1)$$

式中: c_1 ——氢氧化钠标准溶液浓度, mol/L;

c_2 ——邻苯二甲酸氢钾溶液的浓度, mol/L;

V_0 ——空白试验消耗氢氧化钠溶液的体积, ml;

V_1 ——标定时消耗氢氧化钠溶液的体积, ml;

V_2 ——邻苯二甲酸氢钾溶液的体积, ml。

5.6 氟化钠溶液: $c(\text{NaF})=1.0 \text{ mol/L}$

称取 42.0 g 氟化钠溶于水中并稀释到大约 900 ml, 用盐酸溶液 (5.2) 调节至 pH 值为 7.0, 将溶液移入 1 000 ml 容量瓶中, 加水稀释至标线, 混匀。

5.7 石英砂: 30~60 目, 使用前在 300℃ 加热 2 h。

6 仪器和设备

6.1 土壤筛: 孔径为 2.0 mm。

6.2 pH 计: 精度为 0.01 个 pH 单位。

6.3 磁力搅拌器。

6.4 微量滴定管: 最小刻度为 0.02 ml。

6.5 一般实验室常用仪器和设备。

7 样品

7.1 样品的采集和保存

按照 HJ/T 166 的相关规定进行土壤样品的采集和保存。

7.2 样品的风干和制备

按照 HJ/T 166 的要求制备风干样品。将风干样品过孔径 2 mm 土壤筛, 充分搅拌混匀, 采用四分法取其两份, 一份交样品库存放, 另一份备用。

7.3 试样的制备

称取 5.00 g 风干的土样, 放在已铺好滤纸的漏斗内, 用氯化钾溶液 (5.3) 少量多次地淋洗, 每次加入氯化钾溶液必须待漏斗中的滤液滤干后再进行。滤液盛接在 250 ml 容量瓶中, 近刻度时用 1.0 mol/L 氯化钾溶液 (5.3) 定容。

7.4 空白试样的制备

用石英砂代替土壤样品，按照与试样制备相同步骤，制备空白样品提取液。

7.5 含水率的测定

按照 HJ 613 的规定测定其含水率。

8 分析步骤

8.1 可交换酸度的测定

8.1.1 测定

移取 100 ml 试样提取液至烧杯中，煮沸 5 min，使可能存在于溶液中的二氧化碳挥发，冷却至室温，以 pH 计为指示，用氢氧化钠溶液滴定至 pH 值为 7.80 ± 0.08 ，记录消耗氢氧化钠溶液体积 V_1 的毫升数。

8.1.2 空白试验

用 8.1.1 方法同时滴定 100 ml 空白试样提取液 (7.4)，记录消耗氢氧化钠溶液体积 $V_{\text{空}}$ 的用量。

8.2 可交换氢的测定

8.2.1 测定

移取 100 ml 试样提取液至烧杯中，加入 2.5 ml 氟化钠溶液 (5.6)，煮沸 5 min，赶出二氧化碳，冷却至室温，以 pH 计为指示，用氢氧化钠溶液滴定至 pH 值为 7.80 ± 0.08 ，记录消耗氢氧化钠溶液体积 V_2 的毫升数。

8.2.2 空白试验

用 8.2.1 方法同时滴定 100 ml 空白样品提取液 (7.4)，记录消耗氢氧化钠溶液体积 V_0 的毫升数。

9 结果计算与表示

9.1 结果计算

土壤样品中的可交换酸度按照式 (2) 进行计算。

$$E_A = \frac{(V_1 - V_{\text{空}}) \times c(\text{NaOH}) \times 1000 \times V}{V_s \times m} \times \frac{100 + w}{100} \quad (2)$$

式中： E_A ——烘干土壤中可交换酸度，mmol/kg；

V_1 ——直接滴定土壤样品消耗氢氧化钠体积，ml；

$V_{\text{空}}$ ——空白样品所消耗氢氧化钠体积，ml；

$c(\text{NaOH})$ ——氢氧化钠溶液浓度，mol/L；

V ——提取液最终定容体积，ml；

V_s ——滴定时移取的提取液体积，ml；

m ——风干土质量，g；

w ——风干土壤含水率，质量分数。

土壤样品中的可交换氢和可交换铝，按照式 (3) 和式 (4) 进行计算。

$$E(\text{H}^+) = \frac{(V_2 - V_0) \times c(\text{NaOH}) \times 1000 \times V}{V_s \times m} \times \frac{100 + w}{100} \quad (3)$$

$$E(\text{Al}) = E_{\text{A}} - E(\text{H}^+) \quad (4)$$

式中： $E(\text{H}^+)$ ——土壤样品的可交换酸氢，mmol/kg；
 $E(\text{Al})$ ——土壤样品的可交换铝，mmol/kg；
 V_2 ——加入氟化钠后土样消耗氢氧化钠体积，ml；
 V_0 ——加入氟化钠后空白样品消耗氢氧化钠体积，ml；
 其他参数的含义见式（2）。

9.2 结果表示

当测定结果小于 1.0 mmol/kg 时，保留到小数点后两位；大于等于 1.0 mmol/kg 时，保留三位有效数字。

10 精密度

6 个实验室对可交换酸度分别为 4.52 mmol/kg 和 72.6 mmol/kg 的统一样品进行测定：实验室内相对标准偏差分别为 2.0%~4.2%，0.5%~1.3%；实验室间相对标准偏差分别为 1.9%~4.1%，0.4%~1.0%；重复性限分别为 0.13 mmol/kg，0.70 mmol/kg；再现性限分别为 0.19 mmol/kg，1.20 mmol/kg。

11 质量保证和质量控制

11.1 每批样品至少做 2 个空白试验。

11.2 每批样品至少做 10% 平行样品。当测定值 ≤ 10.0 mmol/kg，最大允许相对偏差为 $\pm 20\%$ ；测定值在 10.0~100 mmol/kg，最大允许相对偏差为 $\pm 10\%$ ；测定值 ≥ 100 mmol/kg，最大允许相对偏差为 $\pm 5\%$ 。

11.3 pH 计使用前必须用 pH 标准缓冲溶液进行校正。

12 注意事项

12.1 土壤样品浸提后应尽快滴定，避免长时间暴露在空气中，造成误差。

12.2 土壤样品的保存与风干过程应在通风无污染的环境中。

12.3 控制滴定速度，应尽快稳定至 pH 值在 7.80 左右。

中华人民共和国国家环境保护标准
土壤 可交换酸度的测定 氯化钾提取-滴定法
HJ 649—2013

*

中国环境出版社出版发行
(100062 北京市东城区广渠门内大街16号)
网址: <http://www.cesp.com.cn>

电话: 010-67112738

北京市联华印刷厂印刷

版权所有 违者必究

*

2013年9月第1版 开本 880×1230 1/16

2013年9月第1次印刷 印张 0.75

字数 30千字

统一书号: 135111·274

定价: 12.00元

*



135111274