



中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 889-2017

土壤 阳离子交换量的测定 三氯化六氨合钴浸提-分光光度法

Soil quality—Determination of cation exchange capacity (CEC)
—Hexamminecobalt trichloride solution-Spectrophotometric method
(发布稿)

本电子版为发布稿。请以中国环境出版社出版的正式标准文本为准。

2017-12-17 发布

2018-02-01 实施

环 境 保 护 部 发 布

目 次

前 言.....	ii
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 干扰和消除.....	1
6 试剂和材料.....	2
7 仪器和设备.....	2
8 样品.....	2
9 分析步骤.....	2
10 结果计算与表示.....	3
11 精密度和准确度.....	3
12 质量保证和质量控制.....	4
13 废物处理.....	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，规范土壤中阳离子交换量的测定方法），制定本标准。

本标准规定了测定土壤中阳离子交换量的三氯化六氨合钴浸提-分光光度法。

本标准为首次发布。

本标准由环境保护部环境监测司和科技标准司组织制订。

本标准起草单位：扬州市环境监测中心站。

本标准验证单位：苏州市环境监测中心站、泰州市环境监测中心站、仪征市环境监测站、扬州大学测试中心、苏州市华测检测技术有限公司和苏州国环环境检测有限公司。

本标准环境保护部2017年12月17日批准。

本标准自2018年2月1日起实施。

本标准由环境保护部解释。

土壤 阳离子交换量的测定 三氯化六氨合钴浸提

-分光光度法

1 适用范围

本标准规定了测定土壤中阳离子交换量的三氯化六氨合钴浸提-分光光度法。

本标准适用于土壤中阳离子交换量的测定。

当取样量为 3.5 g，浸提液体积为 50.0 ml，使用 10 mm 光程比色皿时，本标准测定的阳离子交换量的方法检出限为 0.8 cmol⁺/kg，测定下限为 3.2 cmol⁺/kg。

2 规范性引用文件

本标准引用了下列文件或其中的条款。凡是不注日期的引用文件，其有效版本适用于本标准。

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

3.1

阳离子交换量 cation exchange capacity (CEC)

在本标准所规定的条件下，土壤胶体所能吸附的各种阳离子总量，称为阳离子交换量，以 cmol⁺/kg 表示。由于三氯化六氨合钴土壤悬浮液的 pH 值与水悬浮液的 pH 值接近，本方法测定的阳离子交换量为有效态阳离子交换量。

4 方法原理

在 (20±2) °C 条件下，用三氯化六氨合钴溶液作为浸提液浸提土壤，土壤中的阳离子被三氯化六氨合钴交换下来进入溶液。三氯化六氨合钴在 475 nm 处有特征吸收，吸光度与浓度成正比，根据浸提前后浸提液吸光度差值，计算土壤阳离子交换量。

5 干扰和消除

当试样中溶解的有机质较多时，有机质在 475 nm 处也有吸收，影响阳离子交换量的测定结果。可同时在 380 nm 处测量试样吸光度，用来校正可溶有机质的干扰。

假设 A₁ 和 A₂ 分别为试样在 475 nm 和 380 nm 处测量所得的吸光度，则试样校正吸光度 (A) 为：A=1.025A₁-0.205A₂。

6 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（实验用水为电导率小于 0.5 $\mu\text{S}/\text{cm}$ 的蒸馏水或去离子水）。

6.1 三氯化六氨合钴 $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6\text{Cl}_3]$ ：优级纯。

6.2 三氯化六氨合钴溶液： $c[\text{Co}(\text{NH}_3)_6\text{Cl}_3]=1.66\text{ cmol/L}$ 。

准确称取 4.458 g 三氯化六氨合钴（6.1）溶于水中，定容至 1000 ml，4℃低温保存。

7 仪器和设备

7.1 分光光度计：配备 10 mm 光程比色皿。

7.2 振荡器：振荡频率可控制在 150~200 次/min。

7.3 离心机：转速可达 4000 r/min，配备 100 ml 圆底塑料离心管（具密封盖）。

7.4 分析天平：感量为 0.001 g 和 0.01 g。

7.5 尼龙筛：孔径 1.7 mm（10 目）。

7.6 一般实验室常用仪器和设备。

8 样品

8.1 样品采集和保存

土壤样品采集和保存应按照 HJ/T 166 执行。土壤样品采集时，应使用木刀、木片或聚乙烯采样工具，土壤样品用布袋或塑料袋贮存。

8.2 试样的制备

将风干样品过尼龙筛（7.5），充分混匀。称取 3.5 g 混匀后的样品，置于 100 ml 离心管中，加入 50.0 ml 三氯化六氨合钴溶液（6.2），旋紧离心管密封盖，置于振荡器（7.2）上，在 $(20\pm 2)^\circ\text{C}$ 条件下振荡 $(60\pm 5)\text{ min}$ ，调节振荡频率，使土壤浸提液混合物在振荡过程中保持悬浮状态。以 4000 r/min 离心 10 min，收集上清液于比色管中，24 h 内完成分析。

8.3 空白试样的制备

用实验用水代替土壤，按照与试样的制备（8.2）相同步骤进行实验室空白试样的制备。

9 分析步骤

9.1 标准曲线的建立

分别量取 0.00 ml、1.00 ml、3.00 ml、5.00 ml、7.00 ml、9.00 ml 三氯化六氨合钴溶液(6.2)于 6 个 10 ml 比色管中，分别用水稀释至标线，三氯化六氨合钴的浓度分别为 0.000 cmol/L、0.166 cmol/L、0.498 cmol/L、0.830 cmol/L、1.16 cmol/L 和 1.49 cmol/L。用 10 mm 比色皿在波长 475 nm 处，以水为参比，分别测量吸光度。以标准系列溶液中三氯化六氨合钴溶液的

浓度 (cmol/L) 为横坐标, 以其对应吸光度为纵坐标, 建立标准曲线。

9.2 试样测定

按照与标准曲线的建立 (9.1) 相同的步骤进行试样 (8.2) 的测定。

9.3 空白试验

按照与试样测定 (9.2) 相同的步骤进行空白试样 (8.3) 的测定。

10 结果计算与表示

10.1 结果计算

样品中, 按照公式 (1) 进行计算:

$$CEC = \frac{(A_0 - A) \times V \times 3}{b \times m \times w_{dm}} \quad (1)$$

式中: CEC——土壤样品阳离子交换量, cmol⁺/kg;

A_0 ——空白试样吸光度;

A ——试样吸光度或校正吸光度;

V ——浸提液体积, ml;

3——[Co(NH₃)₆]³⁺的电荷数;

b ——标准曲线斜率;

m ——取样量, g;

w_{dm} ——土壤样品干物质含量, %。

10.2 结果表示

当测定结果小于 10 cmol⁺/kg 时, 保留小数点后一位; 当测定结果大于等于 10 cmol⁺/kg 时, 保留三位有效数字。

11 精密度和准确度

11.1 精密度

六家实验室对含阳离子交换量为 5.5 cmol⁺/kg、17.8 cmol⁺/kg、29.4 cmol⁺/kg 的统一样品进行了 6 次重复测定, 实验室内相对标准偏差分别为: 4.1%~5.6%, 3.1%~5.0%, 1.7%~3.6%; 实验室间相对标准偏差分别为: 7.9%, 4.8%, 2.0%; 重复性限为: 0.8 cmol⁺/kg, 2.1 cmol⁺/kg, 2.5 cmol⁺/kg; 再现性限为: 1.4 cmol⁺/kg, 3.0 cmol⁺/kg, 2.8 cmol⁺/kg。

11.2 准确度

六家实验室对含阳离子交换量为 (17.0±1.0) cmol⁺/kg (编号 GB0741a) 和 (31.0±1.0)

cmol⁺/kg(编号 GBW07458)的有证标准物质进行了 6 次重复测定,相对误差分别为: -1.8%~5.8%和 0.4%~2.4%; 相对误差最终值: 2.5%±6.0%和 1.2%±1.8%。

12 质量保证和质量控制

12.1 每批样品应做标准曲线,标准曲线的相关系数不应小于 0.999。

12.2 每批样品应至少做 10%的平行样,当样品数量少于 10 个时,平行样不少于 1 个。

13 废物处理

实验过程中产生的废液和废物应分类收集和保管,并做好相应标识,委托有资质的单位进行处理。
