

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 1377—2007

土壤 pH 的测定

Determination of pH in Soil
(ISO 10390:2005 (E), Soil Quality—Determination of pH, MOD)

2007-06-14 发布

2007-09-01 实施



中华人民共和国农业部 发布

前 言

本标准修改采用 ISO 10390:2005(E)《土壤质量 pH 值的测定》(英文版)。

考虑到我国国情,在采用 ISO 10390:2005(E)时,本标准做了一些修改。本标准与该国际标准的主要差异如下:

- 将该国际标准中 4.1 规定的“水:电导率不大于 0.2 mS/m(25℃),pH 值不低于 5.6,即符合 ISO 3696:1987 中的二级水”,修改为“所使用水的 pH 值和电导率应符合 GB/T 6682 中三级水规格,并应除去二氧化碳”;
- 根据我国标准,修改了混合磷酸盐标准缓冲溶液的配制方法,并增加了“不同温度下各标准缓冲溶液的 pH 值”表;
- 增加了“试样的制备”一章;
- 将该国际标准中 7.1.1 规定的“用量勺量取至少 5 mL 有代表性的实验室样品”,修改为“称取 $10.0\text{ g} \pm 0.1\text{ g}$ 试样”;
- 将该国际标准中规定的 1:5(V/V)的样液比,修改为 1:2.5(m/V);
- 将该国际标准中 7.1.3 规定的“振荡或搅拌 60 min \pm 10 min”,修改为“振荡或搅拌 5 min”;
- 将该国际标准中第 8 章中的有关重复性的要求,修改为“在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于 0.1pH”;
- 删除了该国际标准中第 9 章“测试报告”;
- 删除了该国际标准中附录 A(资料性附录)“土壤 pH 值的测定实验室间测定结果”,而在本标准第 9 章中规定“不同实验室测定结果的绝对差值不大于 0.2pH”。

本标准由中华人民共和国农业部提出并归口。

本标准起草单位:中国农业科学院农业质量标准与检测技术研究所、中国农业科学院农业资源与农业区划研究所。

本标准主要起草人:王敏、南春波、王占华、陈芳。

土壤 pH 的测定

1 范围

本标准规定了以水或 1 mol/L KCl 溶液或 0.01 mol/L CaCl₂ 溶液为浸提剂,采用电位法测定土壤 pH 的方法。

本标准适用于各类土壤的 pH 测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

当规定的指示电极和参比电极浸入土壤悬浊液时,构成一原电池,其电动势与悬浊液的 pH 有关,通过测定原电池的电动势即可得到土壤的 pH。

4 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂。

4.1 水:pH 和电导率应符合 GB/T 6682 规定的至少三级的规格,并应除去二氧化碳。

无二氧化碳水的制备方法:将水注入烧瓶中(水量不超过烧瓶体积的 2/3),煮沸 10 min,放置冷却,用装有碱石灰干燥管的橡皮塞塞进。如制备 10 L~20 L 较大体积的不含二氧化碳的水,可插入一玻璃管到容器底部,通氮气到水中 1 h~2 h,以除去被水吸收的二氧化碳。

4.2 氯化钾溶液: $c(\text{KCl}) = 1 \text{ mol/L}$ 。称取 74.6 g 氯化钾溶于水,并稀释至 1 L。

4.3 氯化钙溶液: $c(\text{CaCl}_2) = 0.01 \text{ mol/L}$ 。称取 1.47 g 氯化钙($\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶于水,并稀释至 1 L。

4.4 pH 标准缓冲溶液

以下 pH 标准缓冲溶液应用 pH 基准试剂配制。如贮存于密闭的聚乙烯瓶中,则配制好的 pH 标准缓冲溶液至少可稳定一个月。不同温度下各标准缓冲溶液的 pH 见表 1。

表 1 不同温度下各标准缓冲溶液的 pH

温度	苯二甲酸盐标准缓冲溶液	磷酸盐标准缓冲溶液	硼酸盐标准缓冲溶液
10℃	4.00	6.92	9.33
15℃	4.00	6.90	9.27
20℃	4.00	6.88	9.22
25℃	4.01	6.86	9.18
30℃	4.01	6.85	9.14

4.4.1 苯二甲酸盐标准缓冲溶液, $c(\text{C}_6\text{H}_4\text{CO}_2\text{HCO}_2\text{K}) = 0.05 \text{ mol/L}$ 。称取 10.21 g 于 110℃~120℃干燥 2 h 的邻苯二甲酸氢钾($\text{C}_6\text{H}_4\text{CO}_2\text{HCO}_2\text{K}$),溶于水,转移至 1 L 容量瓶中,用水稀释至刻

度,混匀。

4.4.2 磷酸盐标准缓冲溶液, $c(\text{KH}_2\text{PO}_4) = 0.025 \text{ mol/L}$, $c(\text{Na}_2\text{HPO}_4) = 0.025 \text{ mol/L}$ 。称取 3.40 g 于 $110^\circ\text{C} \sim 120^\circ\text{C}$ 烘干 2 h 的磷酸二氢钾(KH_2PO_4)和 3.55 g 磷酸氢二钠(Na_2HPO_4),溶于水,转移到 1 L 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

4.4.3 硼酸盐标准缓冲溶液, $c(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7) = 0.01 \text{ mol/L}$ 。称取 3.81 g 四硼酸钠($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$),溶于水,转移到 1 L 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

注:四硼酸钠长时间放置可能会失去结晶水,不能使用。

5 仪器

5.1 检测实验室常用仪器设备。

5.2 pH 计:精度高于 0.1 单位,有温度补偿功能。

5.3 电极:玻璃电极和饱和甘汞电极,或 pH 复合电极。当 pH 大于 10 时,应使用专用电极。

5.4 振荡机或搅拌器。

6 试样的制备

6.1 风干

新鲜样品应进行风干。将样品平铺在干净的纸上,摊成薄层,于室内阴凉通风处风干,切忌阳光直接暴晒。风干过程中应经常翻动样品,加速其干燥。风干场所应防止酸、碱等气体及灰尘的污染。当土样达到半干状态时,宜及时将大土块捏碎。亦可在不高于 40°C 条件下干燥土样。

6.2 磨细和过筛

用四分法分取适量风干样品,剔除土壤以外的侵人体,如动植物残体、砖头、石块等,再用圆木棍将土样碾碎,使样品全部通过 2mm 孔径的试验筛。过筛后的土样应充分混匀,装入玻璃广口瓶、塑料瓶或洁净的土样袋中,备用。储存期间,试样应尽量避免日光、高温、潮湿、酸碱气体等的影响。

7 分析步骤

7.1 试样溶液的制备

称取 $10.0 \text{ g} \pm 0.1 \text{ g}$ 试样,置于 50 mL 的高型烧杯或其他适宜的容器中,并加入 25 mL 水(或氯化钾溶液或氯化钙溶液)。将容器密封后,用振荡机或搅拌器,剧烈振荡或搅拌 5 min,然后静置 1 h~3 h。

注:浸提剂可根据测试目的或委托方要求选择。

7.2 pH 计的校正

依照仪器说明书,至少使用两种 pH 标准缓冲溶液进行 pH 计的校正。

7.2.1 将盛有缓冲溶液并内置搅拌子的烧杯置于磁力搅拌器上,开启磁力搅拌器。

7.2.2 用温度计测量缓冲溶液(或土壤悬浊液)的温度,并将 pH 计的温度补偿旋钮调节到该温度上。有自动温度补偿功能的仪器,此步骤可省略。

7.2.3 搅拌平稳后将电极插入缓冲溶液中,待读数稳定后读取 pH。

7.3 试样溶液 pH 的测定

测量试样溶液的温度,试样溶液的温度与标准缓冲溶液的温度之差不应超过 1°C 。pH 测量时,应在搅拌的条件下或事前充分摇动试样溶液后,将电极插入试样溶液中,待读数稳定后读取 pH。

8 结果计算

直接读取 pH,结果保留一位小数。并应标明浸提剂的种类。

9 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于0.1。
不同实验室测定结果的绝对差值不大于0.2。
