

马怡飞, 张尼, 魏增, 等. 振荡交换 - 抽滤淋洗结合凯氏定氮法快速测定土壤中的阳离子交换量[J]. 岩矿测试, 2019, 38(1): 129 - 135.

MA Yi-fei, ZHANG Ni, WEI Zeng, et al. Rapid Determination of Soil Cation Exchange Capacity by Automatic Kjeldahl Analyzer after Oscillating Exchange and Suction Filtration[J]. Rock and Mineral Analysis, 2019, 38(1): 129 - 135.

【DOI: 10.15898/j.cnki.11-2131/td.201712110191】

振荡交换 - 抽滤淋洗结合凯氏定氮法快速测定土壤中的阳离子交换量

马怡飞¹, 张尼^{1,2}, 魏增¹, 高文旭¹, 王奎¹

(1. 西安西北有色地质研究院有限公司, 陕西 西安 710054;
2. 西北大学分析科学研究所, 陕西省电分析化学重点实验室, 陕西 西安 710069)

摘要: 测定土壤阳离子交换量(CEC)的行业标准方法(LY/T1243—1999)是采取离心分离结合手工蒸馏进行滴定,耗时长、操作繁琐。为了缩短反应时间,提高检测效率,本文利用乙酸铵对酸性和中性土壤进行处理,用氯化铵 - 乙酸铵对石灰性土壤进行处理,应用振荡和抽滤装置快速交换和清洗阳离子,通过全自动凯氏定氮仪对吸附的铵根离子进行测定,由此计算 CEC 值。结果表明:在最佳的振荡和蒸馏时间、滴定酸浓度、指示剂配比等实验条件下,一个批次样品(100 件)的分析流程仅需要 12h,比传统方法检测时间缩短近 80%。经国家标准物质验证,测定结果与推荐值相符,5 次测定的相对标准偏差均小于 1.5%。本方法免去了多次离心分离操作,解决了待测成分损失、CEC 测定值偏低的问题,提高了检测效率和准确度,较林业标准方法的成本低,可操作性强,适用于土壤环境质量评价、地区土壤抽样调查等大批量土壤样品分析。

关键词: 振荡; 淋洗; 全自动凯氏定氮仪; 乙酸铵; 氯化铵 - 乙酸铵; 土壤; 阳离子交换量

要点:

- (1) 25min 的振荡时间可以使样品和乙酸铵溶液完成充分的阳离子交换。
- (2) 采用抽滤的方式可以快速淋洗除去多余的铵根离子。
- (3) 使用本文方法,一个批次样品(100 件)的分析流程仅需要 12h。

中图分类号: O657.75; S151.93 文献标识码: B

阳离子交换量(CEC)是度量土壤对溶液中阳离子交换吸附性能强弱的指标,可大致地反映出土壤中黏粒含量和黏土矿物成分,在一定程度上反映土壤的物理化学特性,同时也代表了土壤可能保持的养分数量,即保肥性的高低^[1-3]。它是土壤水稳性和缓冲性能的主要来源,是改良土壤和合理施肥的重要依据^[4-6]。土壤阳离子交换量在诸如土壤环境质量评价和农业农耕等级分类等工作中都属于必测项目,其特点是单批次送检数量大,时间要求严格,因此建立快速、准确地测定土壤 CEC 值的方法是非常必要的^[7]。

测定不同 pH 值的土壤阳离子交换量有不同方法。如测定酸性和中性土壤的阳离子交换量,常用乙酸铵离心交换法^[8-10]和氯化钡 - 硫酸法^[11-12],测定石灰性土壤的阳离子交换量一般采用盐酸 - 乙酸钙交换法^[9]、氯化铵 - 乙酸铵离心交换法。此外,也有很多研究者在尝试采用其他方法检测土壤阳离子交换量,如土壤水分保持曲线法^[13]、可见光 - 近红外光谱法^[14-15]以及直接测定土壤阳离子组成及含量等改进方法^[16-17],都取得了满意的效果。

收稿日期: 2017 - 12 - 12; 修回日期: 2018 - 04 - 26; 接受日期: 2018 - 07 - 06
基金项目: 陕西省工业科技攻关项目(2015GY54)
作者简介: 马怡飞,工程师,分析化学专业。E-mail: 307725993@qq.com。

目前我国测定土壤中阳离子交换量的林业标准方法(LY/T1243—1999)采用的是乙酸铵离心交换土壤中阳离子、手工蒸馏滴定法。此方法选用的仪器常规,方法较简单,但是效率低,试剂成本大,重复步骤多,操作繁琐,检测时间偏长。为解决这一问题,有文献指出可以采用振荡的方式加速阳离子的交换和清洗^[7,18],但样品振荡后仍需离心的操作,故对阳离子交换步骤而言,只是减少了离心的次数,操作仍然繁琐且耗时。而且,对阳离子清洗步骤,由于乙醇对土壤有分散作用,若延长振荡时间则不易离心澄清,该步骤容易造成土壤样品的损失。而使用凯氏定氮仪取代手工蒸馏及滴定已有大量报道^[7-8,19],故本文提出利用乙酸铵或氯化铵-乙酸铵溶液通过机械振荡方式交换土壤中的阳离子,采用抽滤方式淋洗多余的铵根离子,用凯氏定氮仪自动蒸馏,测定 CEC 值,可以有效提高工作效率及检测精度。

1 实验部分

1.1 仪器和装置

全自动凯氏定氮仪:K1100 型,山东海能科学仪器有限公司。

电子天平:AL204 型,瑞士梅特勒-托利多仪器有限公司。

电子天平:JM-B6002 型,浙江余姚市纪铭称重校验设备有限公司。

振荡器:HY-4/KS-1 型,浙江金坛市大地自动化仪器厂。

1.2 标准物质和主要试剂

土壤有效态成分分析标准物质:GBW07461、GBW07458、GBW07415a(中国地质科学院地球物理地球化学勘查研究所研制)。

氢氧化钠溶液:浓度 400g/L。

混合指示剂:将 1 份溶解于乙醇的 0.1% 甲基红-乙醇溶液和 5 份溶解于乙醇的 0.1% 溴甲酚绿-乙醇溶液临用时混合。

硼酸溶液:浓度 20g/L,按 100:1 比例加入混合指示剂。

0.02mol/L 硫酸标准滴定溶液:取硫酸 1.1mL,缓缓注入 1000mL 水中,冷却,摇匀,用基准无水碳酸钠标定。

1mol/L 乙酸铵溶液:称取 77.09g 乙酸铵,用水溶解并定容至 1L。

1mol/L 氯化铵溶液:称取 53.49g 氯化铵,用水

溶解并定容至 1L。

纳氏试剂:称取 134g 氢氧化钾溶于 460mL 水中,称取 20g 碘化钾溶于 50mL 水中,加入约 32g 碘化汞,使溶解至饱和状态,然后将两溶液混合即成。

硫酸铵溶液:称取经过干燥的硫酸铵(优级纯)6.6065g,用水溶解定容至 1000mL,摇匀备用,此溶液中 $c(\text{NH}_4^+) = 0.1\text{mol/L}$ 。

所用试剂除注明外,均为分析纯;实验用水均为去离子水。

1.3 实验方法

对于非石灰性土壤(中性和酸性土壤),称取 2.00g(精确到 0.01g)土壤样品于 250mL 锥形瓶中,加入 100mL 乙酸铵溶液,塞紧胶塞,用振荡器振荡 30min,使样品与乙酸铵充分反应。之后,将样品和乙酸铵混合液倒入铺有无 NH_4^+ 的滤纸的布氏漏斗中进行抽滤,然后用乙醇洗涤锥形瓶,洗涤土壤,直至抽滤液无 NH_4^+ 洗出(加入纳氏试剂检测:滤液立刻变橙黄色,则需继续用乙醇洗涤;若无明显变化或为淡黄色,则可结束洗涤)。洗涤土壤样品结束后,则将滤纸连同土壤一并转入消化管中,加入 10mL 氢氧化钠溶液,接收杯中加入 20mL 硼酸溶液,蒸馏 4min,然后使用硫酸标准滴定溶液自动滴定,随带空白。

对于石灰性土壤,称取 2.00g 土壤样品(精确到 0.01g)于 250mL 锥形瓶中,加入氯化铵溶液 50mL,盖上表面皿,放在电炉上低温煮沸,直到无氨味为止,若烧杯内剩余溶液较少而仍有氨味时,则补加少量氯化铵溶液继续煮沸,以完全分解除去土壤中的碳酸钙,再加入 60mL 乙酸铵溶液,以下操作同非石灰性土壤。

根据滴定结果,按如下公式计算土壤的阳离子交换量 CEC(cmol/kg)。

$$\text{CEC} = \frac{c \times 2 \times (V - V_0)}{m \times K \times 10} \times 1000$$

式中: c —硫酸标准滴定溶液的浓度(mol/L); V —硫酸标准滴定溶液的用量(mL); V_0 —空白试验硫酸标准滴定溶液的用量(mL); m —风干土样质量(g); K —将风干土换算成烘干土的水分换算系数。

2 结果与讨论

2.1 振荡和蒸馏时间的选择

选择不同振荡时间和蒸馏时间,对国家标准物质 GBW07458(CEC 参考值: $31 \pm 1\text{cmol/kg}$) 三份平行样进行测定,同时做空白,测定结果平均值列于

表 1。由表 1 可以看出,随着振荡时间的增加,样品中离子交换的比率也不断提高,25min 的振荡时间已经可以使样品和乙酸铵溶液完成充分的阳离子交换,振荡时间继续增加对测定结果无影响。综合考虑效率和成本的因素,选择振荡时间为 30min,能得到理想的效果。

表 1 振荡时间和蒸馏时间条件实验结果

Table 1 Experimental results under different oscillation time and distillation time

振荡时间 (min)	CEC 测定平均值 (cmol/kg)	蒸馏时间 (min)	CEC 测定平均值 (cmol/kg)
5	18.9	1	1.45
10	28.0	2	28.3
15	28.8	3	30.8
20	30.2	4	31.0
25	31.0	5	30.9
30	31.2	6	31.1
35	31.0	7	31.0
40	31.2	8	31.0

通过普通摇匀后离心,其洗涤效率低,同等条件下,交换性盐基离子可能并未交换完全,易引起土壤阳离子交换量的测定值偏低,因此需要增加洗涤次数,这又提高了时间和试剂成本;阳离子交换所用离心管需大于 100mL,在此情况下,通常每批次样品处理量不超过 4 个,这严重降低了检测效率,且离心管平衡不好时会发生外溢,污染转子和离心腔,影响感应器正常工作。文献[7]、[18]、[19]使用旋涡振荡器振荡以减少离心的次数,但旋涡振荡器对于本实验所需的离心管,每次处理的样品非常有限,检测效率提高并不明显。本实验使用水平往复式振荡器,单次处理样品数量大大增加,可以同时处理数量更多的样品,且由于振荡过程全自动进行,解放了人力,配合后续的淋洗操作,使得检测效率有了大幅提高,样品数量越多时改善效果越显著。

随着蒸馏时间的增加,氨被蒸馏出的比率不断提高,4min 的蒸馏时间已经可以使样品中氨被完全蒸馏出来并被硼酸溶液吸收,蒸馏时间继续增加对测定结果也无影响。综合考虑效率和成本的因素,选择蒸馏时间为 4min,能得到满意的结果。一些报道中使用凯氏定氮仪蒸馏,蒸馏时间各不相同,如沈纯怡等^[7]采用 4.5min,周圆等^[8]采用 2.7min,李荃^[19]采用 4min,这应该是凯氏定氮仪的型号不同所造成的差异。

在蒸馏过程中,传统的蒸馏装置部件众多,安装

连接复杂,所占空间大;过多的操作步骤、蒸馏装置气密性不佳等容易造成待测组分损失严重,使测定结果偏低;蒸馏体积难以准确控制,不易获得可靠的检测结果。而采用凯氏定氮仪自动蒸馏,条件固定,且蒸馏的重现性和蒸馏效率均明显提高。

2.2 滴定酸浓度的选择

滴定酸的浓度直接影响滴定的速率和结果的精密度,常用的滴定酸有硫酸和盐酸两种。考虑到盐酸的挥发性强于硫酸,大批量检测时可能出现滴定前期和后期酸度不一致的情况,故选择硫酸作为滴定酸。

分别移取 5mL 硫酸铵溶液于消化管中,选择不同浓度的硫酸作为滴定酸进行测定,同时做空白实验,每个空白做 7 个平行,计算检出限,每个样做 5 个平行,计算精密度,同时记录不同硫酸滴定硫酸铵溶液的平均时间,结果见表 2。由表 2 可以看出,单个样品的滴定时间以及精密度均随着硫酸浓度的增加而降低,而检出限随着硫酸浓度的增加先增加后降低,而后又呈现增加的趋势。这是因为酸度越小,滴定体积越大,所需时间自然也就越长,而滴定体积越大,又稀释了指示剂,终点更难以读取,造成精密度下降。硫酸浓度小,滴定酸体积大,会稀释指示剂和硫酸浓度大更容易过量两个原因共同造成了检出限的变化趋势。

为了让高低含量不同的样品均能得到满意的结果,本实验选择 0.020mol/L 硫酸作为滴定酸。文献[7-8,10,19]使用的滴定酸均为盐酸,盐酸浓度介于 0.01~0.05mol/L 之间,考虑到硫酸是二元酸,故本文选择的滴定酸 H⁺ 浓度和文献中盐酸的 H⁺ 浓度一致。

表 2 不同硫酸酸度条件滴定实验结果

Table 2 Experimental results under different sulfuric acid concentration as titration agent

测定参数	硫酸不同酸度 (mol/L) 的测定结果							
	0.0005	0.001	0.005	0.010	0.015	0.020	0.050	0.100
滴定时间 (min)	10.82	6.93	4.00	2.22	2.31	2.03	1.86	1.73
检出限 (0.01cmol/kg)	1.88	2.16	7.60	4.06	1.43	1.06	3.57	12.88
RSD (%)	1.58	1.53	1.46	1.01	0.87	0.75	0.72	0.69

2.3 指示剂配比的选择

指示剂的配比是影响滴定结果最重要的因素。分别移取 5mL 硫酸铵溶液于消化管中,改变混合指示剂配比进行测定,同时做空白实验,滴定结果见表 3。

表 3 指示剂配比条件实验

Table 3 Experimental results under different indicator ratio conditions

V(甲基红): 空白滴定结果		样品滴定结果				RSD
V(溴甲酚绿)	(cmol/kg)	(cmol/kg)	(cmol/kg)	(cmol/kg)	(cmol/kg)	(%)
5:1	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	—
2.5:1	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	—
1:1	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	—
1:2.5	0.054	25.22	25.00	24.94	24.94	0.59
1:5	0.056	25.04	25.11	24.92	24.92	0.40
1:10	0.084	24.72	25.14	24.60	24.60	1.13

本文使用的凯氏定氮仪对滴定结果的判断通常是通过三基色加和来确定滴定终点的,当传感器检测到光的三基色 R(红)、G(绿)、B(蓝)≥40 时,停止滴定。由表 3 滴定结果可知,对于前三种配比,由于三基色加和已超过 40,仪器无法对样品进行滴定,对于后三种配比,测定的准确度均可以满足要求。考虑到精密度的差别,本文选择 V(甲基红):

V(溴甲酚绿)=1:5 作为指示剂最终配比。

2.4 方法验证

2.4.1 准确度和精密度

使用本方法和林业标准方法对标准物质 GBW07461、GBW07458、GBW07415a 分别进行 5 次重复测定,阳离子交换量的测定值见表 4。本方法的测定结果与认定值相符,且准确度和精密度均优于林业标准方法。

2.4.2 本方法与标准传统方法的比较

对本方法和林业标准方法的主要测试步骤、配制试剂种类以及检测周期的比较列于表 5(表中所列内容均为非石灰性土壤的比较数据;对于石灰性土壤,只是增加了氯化铵处理步骤,其余操作步骤并未发生改变)。由比对结果可知,本方法在阳离子交换、蒸馏、滴定各个步骤都有更好的表现,不仅提高了各步骤的效率,也更易得到满意的结果。尤其对于大批量样品的检测,本方法的优势更为明显。

表 4 本方法和标准方法的准确度和精密度对比

Table 4 Comparison of accuracy and precision obtained by this methods and standard method

标准物质 编号	CEC 认定值 (cmol/kg)	本方法				林业标准方法 LY/T1234—1999			
		CEC 分次测试值 (cmol/kg)			CEC 测试平均值 (cmol/kg)	RSD (%)	CEC 分次测试值 (cmol/kg)		
GBW07461	20±2	19.7	20.2	20.0	20.1	1.38	19.7	19.5	20.4
		20.4	20.3				19.8	20.5	
GBW07458	31±1	30.6	31.2	30.7	30.8	1.31	29.9	30.7	31.2
		31.1	30.2				30.1	31.3	
GBW07415a	19±1	18.7	19.0	18.8	19.0	1.09	18.3	18.9	18.6
		19.2	19.1				19.0	18.2	

表 5 本方法和标准方法的操作流程对比

Table 5 Comparison of the operation procedure of this methods and standard method

测试步骤和条件	本方法	林业标准方法 LY/T1234—1999
阳离子交换步骤	振荡和淋洗:耗时 2h 左右,但每次可处理超过 100 个样品,且钙镁离子和铵离子的去除效果更好	离心交换和清洗:需多次离心,每次处理不超过 4 个样品,耗时约 1h,但钙镁离子或铵离子可能会有残留
蒸馏步骤	自动蒸馏:条件固定,蒸馏效率可以达到 100%,单个样品蒸馏时间需约 4min	手工蒸馏:装置所占空间大,连接安装复杂,容易造成组分损失,蒸馏体积和蒸馏效率难以准确控制,单个样品蒸馏时间需约 25min
滴定步骤	自动滴定:节省人力,单个样品滴定时间约 2min,滴定终点自动判断,误差较小	手动滴定:单个样品滴定时间约 2min,但滴定终点容易产生偏差,且滴定过程人力消耗较大
需要配制试剂种类	9	12
检测所需时间 (1 个样品)	1.5h	1.5h
检测所需时间 (100 个样品)	12h	65h

3 结论

建立的振荡交换、抽滤淋洗结合凯氏定氮仪测定土壤中 CEC 的方法,免去了多次离心分离操作;避免了多次离心分离倾倒清液时造成待测成分损失;自动控制蒸馏时间提高了实验效率和准确度。本方法较林业标准方法的成本低,速度快,可操作性强,特别适用于土壤环境质量评价、地区土壤抽样调查等批量大、速度要求高的土壤样品分析工作。随着全自动淋洗仪、旋转混匀仪、CEC 前处理系统等设备的出现,将进一步提高检测效率,同时还能避免人工操作可能带来的偏差。

但该方法依然存在乙酸铵交换法的缺点:由于土壤中的黏土矿物(蛭石或和云母)有较强的吸附铵离子的能力,乙酸铵又能与部分腐植质形成可溶性胶体而后续被乙醇洗脱,因此使用此方法可能有部分的铵离子无法蒸馏出来而造成 CEC 测定值偏低。另外,对于一些铁、铝含量较高的酸性土壤,其中的胶体易吸附乙酸铵中的铵离子,难以被乙醇洗净,会造成蒸馏后的 CEC 测定值偏高。

4 参考文献

- [1] 黄尚书,叶川,钟义军,等.不同土地利用方式对红壤坡地土壤阳离子交换量及交换性盐基离子的影响[J].土壤与作物,2016,5(2):72-77.
Huang S S, Ye C, Zhong Y J, et al. Soil cation exchange capacity and exchangeable base cations as affected by land use pattern in sloping farmland of red soil[J]. Soils and Crops, 2016, 5(2): 72-77.
- [2] 胡清菁,张超兰,靳振江,等.铅锌矿尾砂重金属污染物对不同土地利用类型土壤性质影响的典范对应分析[J].岩矿测试,2014,33(5):714-722.
Hu Q J, Zhang C L, Jin Z J, et al. Canonical correspondence analysis for soil properties and heavy metal pollution from Pb-Zn mine tailings in different land use types[J]. Rock and Mineral Analysis, 2014, 33(5): 714-722.
- [3] Fang K, Kou D, Wang G Q, et al. Decreased soil cation exchange capacity across northern China's grasslands over the last three decade[J]. Journal of Geophysical Research-Biogeosciences, 2017, 122(11): 3088-3097.
- [4] Aranda V, Oyonarte C. Characteristics of organic matter in soil surface horizons derived from calcareous and metamorphic rocks and different vegetation types from the mediterranean high-mountains in SE Spain[J]. Soil Biology, 2006(42): 247-258.
- [5] Dawid J, Dorota K. A comparison of methods for the de-

- termination of cation exchange capacity of soils[J]. Ecological Chemistry & Engineering S, 2014, 21(3): 487-498.
- [6] 王文艳,张丽萍,刘俏.黄土高原小流域土壤阳离子交换量分布特征及影响因子[J].水土保持学报,2012, 26(5): 123-127.
Wang W Y, Zhang L P, Liu Q. Distribution and affecting factors of soil cation exchange capacity in watershed of the loess plateau[J]. Journal of Soil and Water Conservation, 2012, 26(5): 123-127.
- [7] 沈纯怡,邢伟银.快速检测土壤阳离子交换量的研究[J].中国土壤与肥料,2016(5):144-147.
Shen C Y, Xing W Y. Research on the rapid determination of cation exchange capacity in soil[J]. Soil and Fertilizer Sciences in China, 2016(5): 144-147.
- [8] 周圆,卞世闻,张宇.凯氏定氮仪测定土壤阳离子交换量的方法改进[J].环境科学导刊,2015, 34(6): 106-109.
Zhou Y, Bian S W, Zhang Y. Method improvement of detecting soil CEC by Kieldahl's azotometer[J]. Environmental Science Survey, 2015, 34(6): 106-109.
- [9] 拉毛吉,王玉功,张榕.乙酸铵离心交换法和乙酸钙离心交换法测定土壤阳离子交换量[J].中国无机分析化学,2017,7(3):38-41.
La M J, Wang Y G, Zhang R. Determination of cation exchange capacity of soil by centrifugal exchange of ammonium and calcium acetates[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2017, 7(3): 38-41.
- [10] 葛艳梅,李亚.膨润土测定阳离子交换量缩合滴定和凯式蒸馏滴定方法的比对[J].当代化工,2016,45(7):1558-1559.
Ge Y M, Li Y. Delemination of cation exchange capacity of bentonite condensation titration and Kjeldahl distillation titration method comparison[J]. Contemporary Chemical Industry, 2016, 45(7): 1558-1559.
- [11] 窦蓓蕾,张沛,田渭花.陕西地区土壤阳离子交换量(CEC)测定方法研究[J].安徽农学通报,2015, 21(22): 65-66.
Dou B L, Zhang P, Tian W H. The determination method of soil cationic exchange capacity in Shaanxi area[J]. Anhui Agricultural Science Bulletin, 2015, 21(22): 65-66.
- [12] 张彦雄,李丹,张佐玉,等.两种土壤阳离子交换量测定方法的比较[J].贵州林业科技,2010, 38(2): 45-49.
Zhang Y X, Li D, Zhang Z Y, et al. A comparison study of two methods for measurement of soil cation exchange capacity[J]. Guizhou Forestry Science and Technology,

- 2010,38(2):45–49.
- [13] Khorshidi M, Lu N. Determination of cation exchange capacity from soil water retention curve[J]. Journal of Engineering Mechanics, 2017, 143(6):04017023.
- [14] 魏昌龙,赵玉国,李德成,等. 基于相似光谱匹配预测土壤有机质和阳离子交换量[J]. 农业工程学报, 2014,30(1):81–88.
- Wei C L, Zhao Y G, Li D C, et al. Prediction of soil organic matter and cation exchange capacity based on spectral similarity measuring [J]. Transactions of the Chinese Society of Agricultural Engineering, 2014, 30(1):81–88.
- [15] 方利民,冯爱明,林敏. 可见/近红外光谱快速测定土壤中的有机碳含量和阳离子交换量[J]. 光谱学与光谱分析,2010,30(2):327–330.
- Fang L M, Feng A M, Lin M. Rapid prediction of total organic carbon content and CEC in soil using visible/near infrared spectroscopy[J]. Spectroscopy and Spectral Analysis, 2010,30(2):327–330.
- [16] 杨乐苏. ICP–AES 直接测定土壤中多种交换性阳离子组成[J]. 广东林业科技,2008,24(6):20–23.
- Yang L S. Directly determining the exchangeable cations in soil by ICP-AES[J]. Guangdong Forestry Science and Technology, 2008, 24(6):20–23.
- [17] 张玉革,肖敏,董怡华. 乙酸铵浸提原子吸收光谱法同时测定土壤交换性盐基离子组成[J]. 光谱学与光谱分析,2012,32(8):2242–2245.
- Zhang Y G, Xiao M, Dong Y H. Determination of soil exchangeable base cations by using atomic absorption spectrophotometer and extraction with ammonium acetate [J]. Spectroscopy and Spectral Analysis, 2012, 32(8):2242–2245.
- [18] 褚龙,贺斌. 土壤阳离子交换量的测定方法[J]. 黑龙江环境通报,2009,33(1):81–83.
- Chu L, He B. Determining method of soil cation exchange capacity[J]. Heilongjiang Environmental Journal, 2009, 33(1):81–83.
- [19] 李荃. K9840 自动凯氏定氮仪测定阳离子交换量[J]. 世界有色金属,2017(17):284–285.
- Li Q. K9840 automatic Kjeldahl apparatus used to determine the cation exchange capacity [J]. World Nonferrous Metals, 2017(17):284–285.

Rapid Determination of Soil Cation Exchange Capacity by Automatic Kjeldahl Analyzer after Oscillating Exchange and Suction Filtration

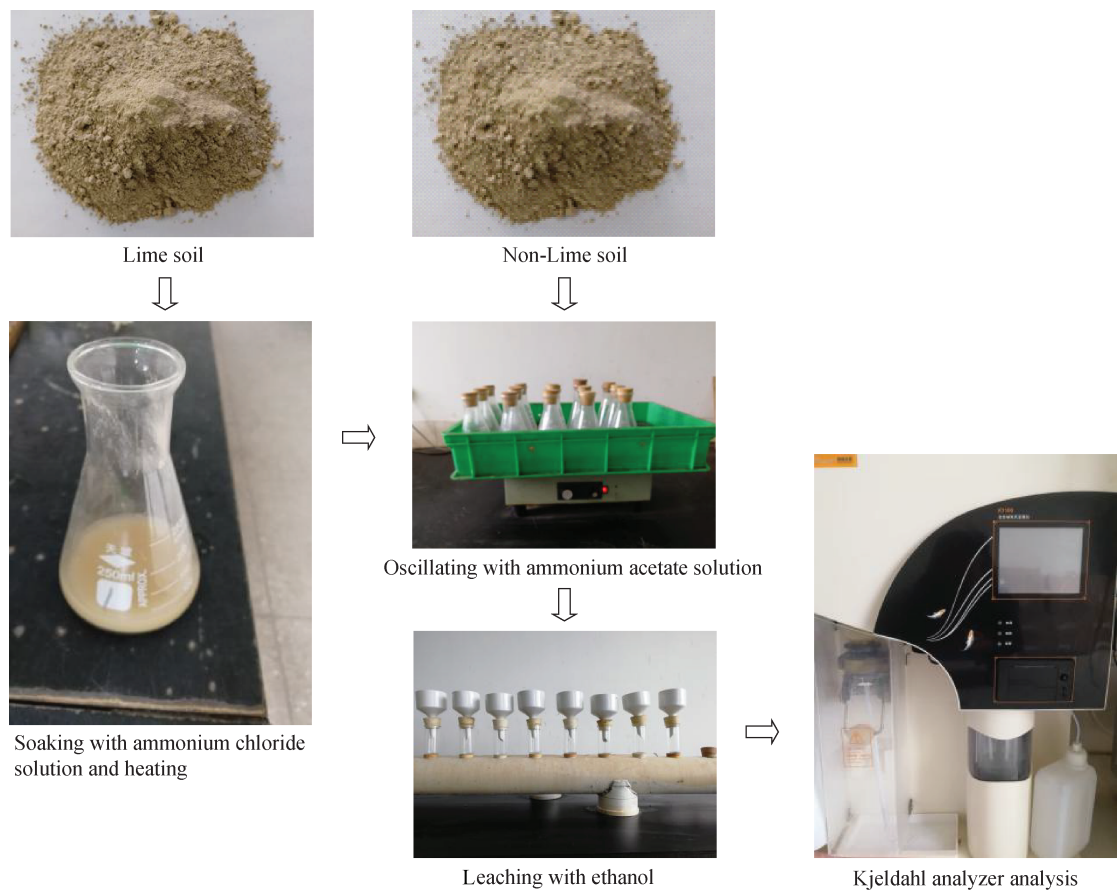
MA Yi-fei¹, ZHANG Ni^{1,2}, WEI Zeng¹, GAO Wen-xu¹, WANG Kui¹

(1. Xi'an Northwest Geological Institute for Nonferrous Metals Co., LTD., Xi'an 710054, China;

2. Institute of Analytical Science, Northwest University; Shaanxi Provincial Key Laboratory of Electroanalytical Chemistry, Xi'an 710069, China)

HIGHLIGHTS

- (1) Sufficient cation exchange between the sample and ammonium acetate solution can be completed by oscillating for 25min.
- (2) Extra ammonium ions can be removed quickly by vacuum filtration.
- (3) The analysis of one batch sample (100 pieces) takes only 12 hours.



ABSTRACT

BACKGROUND: The industry criteria of determination of soil cation exchange capacity (CEC) (LY/T1243—1999) uses centrifugal separation combined with manual distillation and titration, which is complex and time consuming.

OBJECTIVES: Determination of soil cation exchange capacity by automatic Kjeldahl analyzer after oscillating exchange and vacuum filtration.

METHODS: The acidic and neutral soils were treated with ammonium acetate, the calcareous soil was treated with ammonium chloride-ammonium acetate, and the cations were quickly exchanged and cleaned by shaking and by using suction filtration equipment, and adsorbed by a fully automatic Kjeldahl analyzer. The ammonium ion was measured to calculate the CEC value.

RESULTS: The experimental results show that, under the optimized oscillation and distillation, concentration of titration acid and ratio of indicator conditions, the analysis of one batch sample (100 pieces) only takes 12 hours. Compared with traditional methods, the detection time is shortened by nearly 80%. The results of national standard materials determined by the proposed method are in accordance with the certified values, the relative standard deviation is less than 1.5% ($n=5$).

CONCLUSIONS: The method eliminates multiple centrifugation operations, solves the problem of low component loss and CEC measurement value deviations, and improves detection efficiency and accuracy. This method has a lower cost than the forestry standard method, and has high operability and is suitable for analysis of large-scale soil samples such as environmental quality assessment and regional soil sampling surveys.

KEY WORDS: oscillation; leaching; fully automatic Kjeldahl analyzer; ammonium acetate; ammonium chloride-ammonium acetate; soil; cation exchange capacity