

凯氏定氮仪测定中性、碱性土壤阳离子交换量

1 前言

土壤阳离子交换量即 CEC，是指土壤胶体所能吸附各种阳离子的总量，其数值以每千克土壤中含有各种阳离子的物质的量来表示，即 mol/kg。土壤阳离子交换量是影响土壤缓冲能力高低，也是评价土壤保肥能力、改良土壤和合理施肥的重要依据。本实验参照《LY/T 1243-1999 森林土壤阳离子交换量的测定》，结合仪器自身特点，对土壤样品中的阳离子交换量进行测定。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

CEC400 阳离子交换量前处理系统，K1160 阳离子交换量测定仪，分析天平。

2.2 试剂

2.2.1 95%乙醇（须无铵离子）；

2.2.2 1mol/L 氯化铵溶液：53.5g 氯化铵（分析纯）溶于水中，稀释至 1L；

2.2.3 0.005 mol·L⁻¹EDTA 与 1 mol·L⁻¹ 乙酸铵混合液：称取 77.09g 乙酸铵及 1.461g 乙二胺四乙酸，加水溶解后稀释至 900mL 左右，以 1：1 氨水和稀乙酸调至 pH 至 7.0（用于酸性和中性土壤的提取）或 pH8.5（用于石灰性土壤的提取），转移至 1000mL 容量瓶中，定容；

2.2.4 硼酸溶液[ρ (H₃BO₃) = 20g·L⁻¹]：称取 20.00g 硼酸，溶于近 1L 水中；

2.2.5 氧化镁：将氧化镁在高温电炉中经 600℃灼烧 0.5h，冷却后贮存于密闭的玻璃瓶中；

2.2.6 盐酸或硫酸标准溶液 $[c(H^+) = 0.05 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}]$;

2.2.7 甲基红 - 溴甲酚绿混合指示剂：0.1%甲基红乙醇溶液与 0.1%溴甲酚绿乙醇溶液以 1 : 5 的体积比临用前混合。

3 实验方法

3.1 样品前处理

3.1.1 中酸性土壤

称取通过 2mm 孔径筛的风干试样 2g (精确至 0.01g)，先启动 CEC400 的前处理程序，后马上将样品加入到 CEC400 样品搅拌杯中，并用 EDTA-乙酸铵混合液冲洗称量纸及搅拌杯加样口(控制冲洗液用量在 15mL 左右)。

3.1.2 碱性土壤

称取通过 2mm 孔径筛的风干试样 2g (精确至 0.01g)，放入 200mL 烧杯中，加入 1mol/L 氯化铵溶液约 50mL，盖上表面皿，放在电炉上低温煮沸，直到无氨味为止（如烧杯内剩余溶液较少而仍有氨味时，则补加一些 1mol/L 氯化铵溶液继续煮沸），先启动 CEC400 的前处理程序，后马上将冷却后的烧杯内的土样待直接转移至 CEC400 样品搅拌杯中，并用 EDTA-乙酸铵混合液冲洗称量纸及搅拌杯加样口（控制冲洗液用量在 20-30mL）。

表 1 CEC400 参数设置

EDTA-乙酸铵 加入量	搅拌时间	乙酸铵抽滤 时间	乙醇加入量	乙醇清洗次 数	乙醇抽滤时 间
50-70mL	20min	70s	80mL	4 次	200s

3.2 测试

样品前处理程序结束后，将漏斗中的样品连带滤纸一起转移至消化管中，并用纯水将漏斗中残余样品冲洗至消化管中，控制冲洗水量在 50mL 左右，向消化管中加入 1g 氧化镁，并立即将消化管置于阳离子测定仪上。

表 2 阳离子测定仪参数设置

硼酸	稀释水	碱液	蒸馏量	蒸汽流量	滴定酸浓度
25mL	0mL	0mL	5min	100%	0.0251mol/L

4 结果与讨论

4.1 实验结果

表 3 土壤中阳离子交换量测试结果

样品	取样量/g	阳离子交换 cmol(+)/kg	平均值 cmol(+)/kg	RSD%
碱性土壤	2.0308	13.15	13.11	0.305
	2.0392	13.11		
	2.0247	13.07		
酸性土壤	2.0157	15.13	15.18	0.363
	2.0683	15.18		
	2.0316	15.24		

4.2 结论

测试结果显示本次测试的土壤中阳离子交换量碱性土为 $13.11\text{cmol}(+)/\text{kg}$ ，酸性土为 $15.18\text{cmol}(+)/\text{kg}$ ，重复性偏差小于《LY/T 1243-1999 森林土壤阳离子交换量的测定》中规定的要求。

其中碱性土壤为土壤质控样品：陕西塿土土壤有效态质控样 PUQC-220102-HTSB-1，粉质黏土，碱性土 ($\text{pH}8.37\pm 0.04$)，主要分布在陕西关中和山西汾、渭河谷平原阶地上。其标准值为 $13.1\text{cmol}(+)/\text{kg}$ ，不确定度为 $\pm 1.60\text{cmol}(+)/\text{kg}$ ，实测值为 $13.11\text{cmol}(+)/\text{kg}$ 。

参考文献

- [1] LY/T 1243-1999 森林土壤阳离子交换量的测定[S].
- [2] NY/T 295-1995 中性土壤阳离子交换量和交换性盐基的测定[S].
- [3] 全国农业技术推广服务中心. 土壤分析技术规范, 2016, 12: 21-26[M].

注意事项

关于如何鉴别土壤的酸碱性，可参考土壤 pH 值测定方法来确定土壤的酸碱性。使用 CEC400 处理样品时一定要先启动前处理程序后加入样品，否则会导致样品分散不均匀。如遇到粘性较大土壤时，进行乙酸铵及乙醇抽滤会较缓慢，可增加抽滤时间（250~300s）进行抽滤。