

doi: 10.11720/wtyht.2023.1133

胡梦颖,张鹏鹏,徐进力,等. CEC 前处理系统—凯氏定氮仪快速测定土壤中的阳离子交换量[J]. 物探与化探, 2023, 47(2): 458–463. <http://doi.org/10.11720/wtyht.2023.1133>

Hu M Y, Zhang P P, Xu J L, et al. Rapid determination of soil cation exchange capacity using a cation exchange capacity pretreatment system and a Kjeldahl apparatus[J]. Geophysical and Geochemical Exploration, 2023, 47(2): 458–463. <http://doi.org/10.11720/wtyht.2023.1133>

# CEC 前处理系统—凯氏定氮仪快速测定 土壤中的阳离子交换量

胡梦颖<sup>1,2</sup>, 张鹏鹏<sup>1,2</sup>, 徐进力<sup>1,2</sup>, 刘彬<sup>1,2</sup>, 张灵火<sup>1,2</sup>, 杜雪苗<sup>1,2</sup>, 白金峰<sup>1,2</sup>

(1. 中国地质科学院 地球物理地球化学勘查研究所, 河北 廊坊 065000; 2. 自然资源部 地球化学探测重点实验室, 河北 廊坊 065000)

**摘要:** 土壤阳离子交换量是指土壤胶体能够吸附的各种阳离子的总量, 是反映土壤缓冲能力和保肥能力的重要指标, 也是土壤环境评价等工作中必须分析的指标。传统的乙酸铵交换法(林业标准(LY/T 1243—1999))因其稳定性好、缓冲性强、重复性好而在我国土壤和农化实验室应用较为广泛, 但在大批量土壤分析时仍然存在步骤繁琐、耗时长、效率低等不足。为了克服这些不足, 本文结合前人的研究, 分别从离心、蒸馏、滴定 3 大步骤对标准方法进行优化, 利用 CEC 前处理系统对样品进行 EDTA—乙酸铵溶液置换、乙醇清洗, 通过全自动凯氏定氮仪对置换的铵根离子进行测定, 从而计算 CEC 值; 详细探讨了测定过程中乙酸铵搅拌时间、乙醇用量、凯氏定氮仪蒸馏时间对测定结果的影响, 综合建立并优化了 CEC 前处理系统—凯氏定氮仪测定土壤中的阳离子交换量的分析方法。实验结果表明, 在最佳的置换时间、乙醇用量及蒸馏时间等条件下, 一批样品(100 件)的测定时间仅需 8 h, 极大地提高了工作效率, 与传统方法相比时间缩短了近 85%。方法经国家一级土壤成分分析标准物质验证, 测定值与认定值相符, 测定值的相对标准偏差( $n=6$ )均小于 2%。该方法分析效率高、操作简单, 极大地减少了人工操作可能带来的误差, 提高了测定结果的准确度, 适用于大批量土壤的阳离子交换量的测定。

**关键词:** 土壤; 阳离子交换量(CEC); 凯氏定氮仪; CEC 前处理系统

**中图分类号:** P632

**文献标识码:** A

**文章编号:** 1000-8918(2023)02-0458-06

## 0 引言

土壤阳离子交换量(cation exchange capacity, CEC)是指带负电荷的土壤胶体借静电引力能够吸附的、可被浸提剂交换出来的各种阳离子的总量, 用每千克干土所含全部代换性阳离子总量( $\text{cmol/kg}$ )表示。阳离子交换量(CEC)是土壤最基本的理化性质之一, 是反映土壤缓冲能力和土壤保肥能力的重要指标, 是改良土壤质量和科学施肥的重要依据<sup>[1-4]</sup>, 此外, 阳离子交换量在进行土壤环境评价等工作中也属于必须分析的指标。因此, 准确测定土

壤中的阳离子交换量具有重要意义, 同时对于土壤环境管理以及土壤环境生态保护方面 also 具有重要的意义。

目前传统 CEC 的测定主要包括乙酸铵交换法<sup>[5]</sup>、氯化铵—乙酸铵交换法、乙酸钙交换法、氯化钡—硫酸镁法、乙酸钠—火焰光度法等<sup>[6-12]</sup>, 其中乙酸铵交换法和氯化铵—乙酸铵交换法因其稳定性好、缓冲性强、重复性好而在我国土壤和农化实验室应用较为广泛。但由于其在大批量土壤样品分析时, 需要手工多次进行乙酸铵、乙醇洗涤和离心, 步骤繁琐, 耗时太长, 且传统蒸馏装置蒸馏效率低, 在实际操作中人工滴定难以保证滴定终点的稳定性,

收稿日期: 2022-03-22; 修回日期: 2022-07-25

基金项目: 国家重点研发计划项目(2021YFC2903001); 中国地质科学院地球物理地球化学勘查研究所基本科研业务费项目(AS2020J04, AS2022J07)

第一作者: 胡梦颖(1993-), 女, 硕士, 工程师, 主要从事地球化学样品配套分析方法的研究工作。Email: humengying@mail.cgs.gov.cn

通讯作者: 杜雪苗(1988-), 女, 硕士, 工程师, 主要从事地球化学样品配套分析方法的研究工作。Email: dxuemiao@mail.cgs.gov.cn

从而影响测定结果的稳定和真实可靠性。针对传统方法的弊端,大量研究人员对该方法做了优化研究,均取得了较为满意的结果。如王伟等<sup>[13]</sup>采用全自动淋洗仪进行样品预处理,蒸馏后的馏出液用硼酸溶液吸收后利用气相分子吸收光谱法替代滴定法进行测定,提高了样品分析效率;马怡飞等<sup>[14]</sup>采用振荡和抽滤装置对样品进行快速交换和清洗阳离子,通过全自动凯氏定氮仪测定铵根离子从而得到 CEC 值,大大缩短了检测时间,提高了检测准确度;李光一等<sup>[15]</sup>利用振荡交换和抽滤分离的方式进行阳离子的交换和铵根离子的清洗后,使用 pH 计指示电位滴定法进行快速测定,更适用于大批量样品的测定。

本文通过对用于测定阳离子交换量的林业标准 (LY/T 1243—1999) 进行优化,结合前人研究的前处理与测定的优缺点,分别从离心、蒸馏、滴定 3 大步骤进行优化,提出利用 CEC 前处理系统结合凯氏定氮仪对土壤中的阳离子交换量进行测定。其原理与林业标准相同,使用 1 mol/L 的乙酸铵对土壤进行反复处理,将土壤中吸附的阳离子用  $\text{NH}_4^+$  置换,使土壤成为  $\text{NH}_4^+$  饱和土,再用乙醇溶液洗去多余的乙酸铵,加入固体氧化镁蒸馏,蒸馏出的氨气用硼酸溶液吸收,再用盐酸或硫酸标准溶液进行滴定,根据标准酸溶液滴定体积计算出阳离子交换量。在此基础上,前处理置换阶段还根据地方标准 DB 33/T 966—2015 加入了乙二胺四乙酸二钠,提高了置换效率<sup>[16]</sup>。该方法实际操作简便,利用 CEC 前处理系统进行前处理,加入样品后仪器自动进行搅拌置换、乙醇反复淋洗抽滤,转移出的样品加入氧化镁后放上凯氏定氮仪全自动滴定,操作方便,仪器自动化程度高,提高了分析效率,减少了因人为因素产生的误差。该方法经国家一级土壤有效态成分分析标准物质验证,取得了较为满意的结果。

## 1 实验部分

### 1.1 仪器

阳离子交换量前处理系统:CEC400 型,山东海能科学仪器有限公司;

全自动凯氏定氮仪:K1160 型,山东海能科学仪器有限公司;

电子天平:BS124S 型,北京赛多利斯有限公司。

### 1.2 标准物质及主要试剂

土壤有效态成分分析标准物质:GBW07412a、GBW07415a、GBW07416a、GBW07417a、GBW07460

(中国地质科学院地球物理地球化学勘查研究所研制),于 105 ℃ 烘箱中烘干 15 h,冷却后置于干燥器中备用。

0.005 mol/L EDTA 与 1 mol/L 乙酸铵溶液:准确称取 77.09 g 乙酸铵和 1.46 g EDTA,用水溶解并稀释,调节 pH 至 7.0,定容至 1 L。

95%乙醇溶液。

硫酸标准滴定溶液 [ $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) = 0.05 \text{ mol/L}$ ]:移取 1.5 mL 浓硫酸缓慢注入加水的容量瓶中,稀释冷却后定容至 1 L,摇匀,用基准无水碳酸钠标定。

2%硼酸溶液:40 g 硼酸溶于 2 000 mL 水中,浓度 20 g/L。

甲基红、溴甲酚绿混合指示剂:称取 0.1 g 甲基红,0.1 g 溴甲酚绿,分别用无水乙醇定容至 100 mL。1 份甲基红乙醇溶液与 5 份溴甲酚绿乙醇溶液临用时混合。混合指示剂与硼酸溶液按 1:100 混合。

1 mol/L 氯化铵溶液:称取 53.49 g 氯化铵溶于水,稀释至 1 L。

氧化镁:500 ℃ 烘烤冷却后置于密闭干燥器中备用。

以上试剂均为分析纯,水均为去离子水。

### 1.3 实验方法

对于中酸性土壤 ( $\text{pH} \leq 7.5$ ),称取土壤样品 2.00 g,将样品在加样口处加入前处理搅拌器中,仪器自动泵入 0.005 mol/L EDTA—1 mol/L 乙酸铵溶液,充分搅拌混合后,土壤悬浊液自动流入铺放好滤纸的布氏漏斗中进行抽滤,仪器吸入 95%乙醇溶液充分搅拌清洗后再次淋洗至盛有土壤样品的布氏漏斗中抽滤,乙醇溶液反复淋洗抽滤。处理完成后拿下布氏漏斗,将盛有样品的滤纸无损转移到消化管内,加入 1 g 氧化镁,立即将消化管置于全自动凯氏定氮仪上,仪器自动向接收杯内加入混合完指示剂的 20 mL 硼酸吸收液,消化管内加入 10 mL 稀释水,开始自动边蒸馏边滴定,以硫酸标准溶液自动滴定,同时做空白试验,计算出阳离子交换量。

对于碱性土壤 ( $\text{pH} > 7.5$ ),由于土壤中的石灰质 ( $\text{CaCO}_3$ 、 $\text{MgCO}_3$ ) 会溶解于交换剂中,从而阻碍交换性 Ca、Mg 的交换完全,使得测定结果偏低,因此需要先加入氯化铵溶液煮沸去除碳酸钙等石灰质成分。称取土样 2.00 g,放入 150 mL 烧杯中,加入 1 mol/L 氯化铵溶液约 25 mL,盖上表面皿,放在电热板上低温煮沸,直到无氨味为止,如溶液较少仍有氨味,则补加一些氯化铵溶液继续煮沸,至样品中碳酸钙完全分解去除,离心去除上清液。将样品加入

前处理搅拌器中,余下操作同中酸性土壤。

根据标准滴定溶液使用量,按下列公式计算出土壤样品的阳离子交换量 CEC (cmol/kg):

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

式中: $c$  为硫酸标准滴定溶液 ( $1/2H_2SO_4$ ) 的浓度, mol/L;  $V$  为硫酸标准滴定溶液用量, mL;  $V_0$  为空白实验硫酸标准溶液用量, mL;  $m$  为风干土样的质量, g;  $K$  为风干土换算为烘干土的水分换算系数;10 为将 mmol 换算为 cmol 的倍数。

2 结果与讨论

**2.1 EDTA-乙酸铵溶液搅拌时间对测定结果的影响**

EDTA-乙酸铵溶液搅拌主要是为了将土壤中吸附的阳离子用  $NH_4^+$  置换。由于前处理使用的 CEC400 型阳离子前处理系统需要在加样口用 EDTA-乙酸铵溶液将样品洗入搅拌器中,在此情况下,溶液用量一般不可准确定量,通常我们都会加入过量的 EDTA-乙酸铵溶液。因此,我们主要讨论 EDTA-乙酸铵搅拌时间对于测定结果的影响。选择不同的搅拌时间 3、5、10、15、20、25 min,对国家标准物质 GBW07412a (CEC 参考值  $21.6 \pm 1.4$ ) 分 3 份样进行测定,同时做空白样,测定结果列于表 1。由表 1 可以看出,随着搅拌时间的增加,阳离子交换量测定结果变化不大,且均在标准值范围内。与前人研究的乙酸铵搅拌或震荡的 15 min 或 30 min 不同<sup>[14, 17]</sup>, 3 min 搅拌测定结果也可与标准值对应,这可能是由于我们在乙酸铵溶液中加入 EDTA 从而提高了置换效率所致。考虑到不同样品的阳离子交换量高低不同以及效率问题,选择 5 min 作为本次研究的最佳 EDTA-乙酸铵搅拌时间。

表 1 不同的 EDTA-乙酸铵溶液搅拌时间对测定结果的影响  
Table 1 Influence of different stirring time of EDTA-ammonium acetate solution on the determination results

搅拌时间 min	测定值/(cmol · kg <sup>-1</sup> )			测定平均值 (cmol · kg <sup>-1</sup> )
	1	2	3	
3	22.0	21.7	21.8	21.8
5	21.8	22.0	21.9	21.9
10	22.4	22.5	22.4	22.4
15	21.5	22.0	22.5	22.0
20	21.9	21.9	21.9	21.9
25	21.2	21.8	22.3	21.8

2.2 乙醇用量对测定结果的影响

乙醇与乙酸铵互溶,乙醇淋洗主要是为了洗去样品中多余的乙酸铵。CEC400 型阳离子前处理系统会在乙酸铵搅拌抽滤完后自动吸入 95% 乙醇溶

液充分搅拌清洗后再次淋洗至盛有土壤样品的布氏漏斗中抽滤,并反复进行淋洗抽滤。为了探讨最佳乙醇淋洗次数及用量,选择不同的乙醇淋洗次数 1、2、3、4 次 (每次 70 mL),对国家标准物质 GBW07412a (CEC 参考值  $21.6 \pm 1.4$ ) 分 3 份样进行测定取平均值,同时做空白样,测定结果见图 1。从图 1 可见,随着乙醇淋洗次数的增加,阳离子交换量测定平均值逐渐变小。当淋洗次数小于 3 次、用量小于 210 mL 时,由于乙醇用量不够,乙酸铵未完全去除导致测定结果偏高;当淋洗次数为 3 次和 4 次,乙醇用量为 210 mL 和 280 mL 时,测定结果平均值分别为 23.0 cmol/kg 和 21.1 cmol/kg,均在标准范围内。考虑到样品性质及含量高低不同的问题,选择乙醇淋洗 4 次,用量 280 mL 为本次研究的 CEC 前处理系统最佳参数。

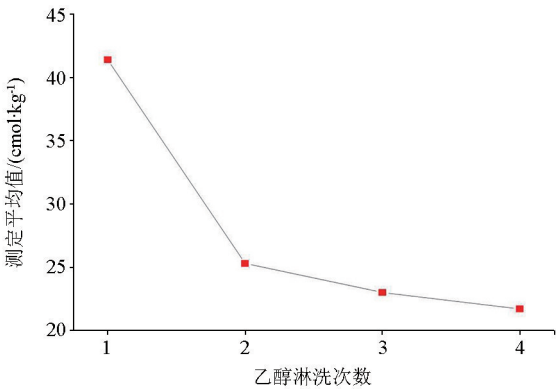


图 1 不同乙醇用量对测定结果的影响  
Fig. 1 Influence of different ethanol dosage on the determination results

2.3 凯氏定氮仪蒸馏时间对测定结果的影响

凯氏定氮仪蒸馏样品是为了将样品中置换的  $NH_4^+$  蒸馏出来,通过硼酸吸收,用标准滴定酸中和滴定,通过所用的标准滴定酸体积,计算样品中的阳离子交换量。因此,蒸馏时间的选择也十分重要。本次研究使用的 K1160 型全自动凯氏定氮仪采用的是边蒸馏边滴定的方式,滴定终点判定是颜色由蓝变红。为了探讨蒸馏时间对测定结果的影响,选择国家标准物质 GBW07412a (CEC 参考值  $21.6 \pm 1.4$ ) 分 3 份样进行测定取平均值,同时做空白样,蒸馏时间分别选择 1、2、3、4、5 min,测定结果见图 2。由图可见,当蒸馏时间为 1 min 时,铵根离子未完全蒸馏出,导致测定结果偏低;随着蒸馏时间的增加,测定值基本保持稳定且均在标准范围内。由于仪器滴定终点判定问题,蒸馏时间设定 2 min 时,硼酸接收液颜色还未完成由蓝变红的转变,其实际蒸馏时间应是大于设定时间的。因此,考虑到不同样



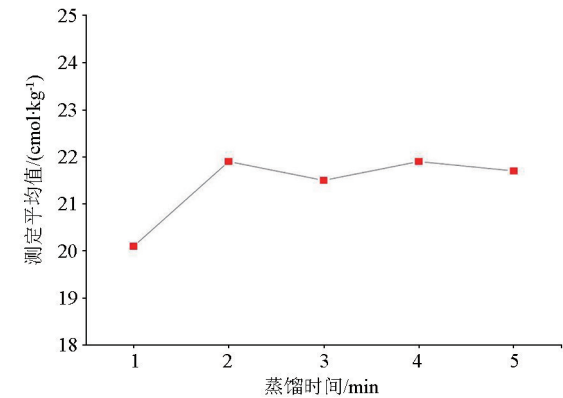


图2 凯氏定氮仪蒸馏时间对测定结果的影响

Fig.2 Influence of distillation time of automatic kieldahl apparatus on determination results

品的 CEC 含量高低问题,保证每个样品能够得到充分的蒸馏,选择 4 min 作为本次研究的最佳仪器蒸馏时间。

2.4 方法验证

2.4.1 方法精密性与准确度

按照本实验方法对国家一级标准物质中酸性土壤 GBW07412a( 辽宁棕壤)、GBW07415a( 湖北水稻土)、GBW07416a( 江西红壤)、GBW07417a( 广东水稻土)和碱性土壤 GBW07460( 陕西黄绵土)分别进行 6 次重复测定,测定结果见表 2。可以看出,本方法的测定结果与认定值相符,结果符合精密度的要求( 相对标准偏差小于 5%)。

2.4.2 方法与林业标准的比较

由于碱性土壤样品与酸性土壤样品相比只是增加了氯化铵前处理步骤,其余步骤并无差别。因此,表 3 分别从酸性土壤样品前处理步骤、测定步骤、测定时长等方面,将本方法与测定阳离子交换量的林业标准( LY/T 1243—1999) 进行了比较。可以看出,无论是在样品前处理步骤、蒸馏与滴定步骤、需配置试剂种类和测定时长方面,本方法均有更好的表

现。林业方法需配置的试剂种类为 12 种,本方法只需 7 种,大大减少了需配置试剂的种类,降低了成本;方法极大提高了测定效率,测定一批样品( 100 件)的时间仅需 8 h,比林业标准缩短了近 85%,大大降低了分析过程中的时间成本。本方法不仅提高了样品的测定效率,且仪器自动化程度高,样品处理时间等能够保持一致,仪器判定终点更为准确,减少了人工消耗,更容易得到满意的结果。对于大批量的样品测定,本方法具有更为明显的优势。

表 2 方法精密度和准确度结果

样品	CEC/( cmol · kg <sup>-1</sup> )			RSD/%
	6 次测定结果	平均值	标准值	
GBW07412a	21. 8	21. 8	21. 6 ±1. 4	1. 31
	22. 1			
	22. 0			
	22. 0			
	21. 6			
	21. 4			
GBW07415a	20. 1	19. 4	19 ±1	1. 96
	19. 2			
	19. 4			
	19. 5			
	19. 2			
	19. 0			
GBW07416a	10. 2	10. 4	10. 0 ±0. 6	1. 49
	10. 6			
	10. 4			
	10. 3			
	10. 5			
	10. 6			
GBW07417a	20. 2	19. 9	19. 7 ±1. 1	1. 52
	19. 5			
	20. 0			
	19. 8			
	20. 2			
	19. 6			
GBW07460	9. 9	10. 1	9. 6 ±1. 3	1. 41
	10. 1			
	10. 2			
	10. 3			
	10. 0			
	10. 2			

表 3 本方法与标准方法对比

Table 3 Comparison between this method and standard method

对比	本方法	林业标准( LY/T1243-1999)
前处理步骤	全自动淋洗抽滤系统;加入样品后仪器全自动泵入 ED-TA-乙酸铵溶液进行搅拌置换和乙醇溶液的淋洗抽滤,普通样品耗时约 25min,同时可处理 4 个样品	手动搅拌离心清洗;全程手动进行多次乙酸铵溶液的搅拌置换和乙醇溶液的清洗,且需要多次离心,单个样品耗时约 1h
蒸馏与滴定步骤	全自动蒸馏滴定;加入固体氧化镁后仪器自动边蒸馏边滴定,自动判定终点准确,蒸馏效率 100%,单个样品只需 4min	手动蒸馏滴定;手工蒸馏装置安装复杂,手工滴定终点易产生偏差,蒸馏效率和体积难以准确控制,单个样品耗时约 30min
需配置试剂种类	7	12
测定时长(1 个样品)	约 0.5h	约 1.5h
测定时长(100 个样)	约 8h	约 65h

### 3 结论

本文建立的 CEC 前处理系统—凯氏定氮仪测定土壤中阳离子含量的方法,大大缩短了前处理中乙酸铵溶液的置换时间,免去了林业标准(LY/T 1243—1999)中的多次搅拌离心分离操作,避免了乙酸铵溶液和乙醇溶液处理完后离心的上清液分离时造成的成分损失,节省了人力;全自动蒸馏滴定控制了蒸馏效率和蒸馏体积,提高了实验效率和测定结果的准确度。两种仪器的结合使用,极大地提高了测定样品的工作效率,降低了测定成本,提高了检测速度,仪器自动化程度高、操作简单,极大地减少了人工操作可能带来的误差。方法准确度和精密密度良好,适合于土壤环境评价、土壤抽样调查等大批量土壤中阳离子交换量的测定。

### 参考文献(References):

[1] 鲁如坤. 土壤农业化学分析方法[M]. 北京: 中国农业科技出版社, 1999.

Lu R K. Methods for agrochemistry analysis of soil[M]. Beijing: China Agricultural Science and Technology Press, 1999.

[2] 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素[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.

[3] Dawid J, Dorota K. A comparison of methods for the determination of cation exchange capacity of soils[J]. Ecological Chemistry & Engineering S, 2014, 21(3): 487-498.

[4] 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.

[5] LY/T 1243—1999 森林土壤阳离子交换量的测定[S].

LY/T 1243—1999 Determination of cation exchange capacity in forest soil[S].

[6] 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 mensuration of soil cation exchange capacity[J]. Guizhou Forestry Science and Technology, 2010, 38(2): 45-49.

[7] 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.

[8] 迟伟伟, 徐苏红. 自动淋洗仪快速测定土壤阳离子交换量的研

究[J]. 环境科技, 2019, 32(6): 60-63.

Chi W W, Xu S H. Study on the method of rapid determination of soil cation exchange capacity with automatic elution apparatus[J]. Environmental Science and Technology, 2019, 32(6): 60-63.

[9] 史斌, 朱晓丹, 陆国兴, 等. 全自动淋洗仪在土壤阳离子交换量测定中的应用[J]. 环境与发展, 2017, 2(10): 139-142.

Shi B, Zhu X D, Lu G X, et al. The application of automatic leaching instrument to detect the soil cation exchange capacity[J]. Environment and Development, 2017, 2(10): 139-142.

[10] 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 Kjeldahl's azotometer[J]. Environmental Science Survey, 2015, 34(6): 106-109.

[11] 李龙飞, 李星, 李永立. 土壤阳离子交换量测定方法的优化与改进[J]. 安徽农业科学, 2019, 47(6): 1-2.

Li L F, Li X, Li Y L. Optimization and improvement of cation exchange capacity method in agricultural soils[J]. Journal of Anhui Agricultural Sciences, 2019, 47(6): 1-2.

[12] 拉毛吉, 王玉功, 张榕, 等. 纳氏试剂分光光度法测定土壤阳离子交换量[J]. 中国无机分析化学, 2018, 8(4): 16-20.

La M J, Wang Y G, Zhang R, et al. Determination of cation exchange capacity in soil by using Nessler's spectrophotometry[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2018, 8(4): 16-20.

[13] 王炜, 朱晓丹, 史斌, 等. 全自动淋洗样品预处理—气相分子吸收光谱法测定土壤阳离子交换量[J]. 理化检验: 化学分册, 2019, 55(3): 314-318.

Wang W, Zhu X D, Shi B, et al. Determination of cation exchange capacity of soil by gas molecular absorption spectrometry with sample treatment by automatic rinsing device[J]. Physical Testing and Chemical Analysis part B: Chemical Analysis, 2019, 55(3): 314-318.

[14] 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 Y F, Zhang N, Wei Z, 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.

[15] 李光一, 任晓荣, 周彧琛, 等. 振荡抽滤—pH 计指示电位滴定法快速测定土壤样品中阳离子交换总量[J]. 中国无机分析化学, 2021, 11(2): 31-35.

Li G Y, Ren X R, Zhou Y C, et al. Rapid determination of total cation exchange in soil samples by oscillating suction filtration-pH meter potentiometric titration[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2021, 11(2): 31-35.

[16] DB 33/T 966—2015 土壤阳离子交换量的测定[S].

DB 33/T 966—2015 Determination of cation exchange capacity in soil[S].

[17] 肖艳霞, 赵颖, 王彦君, 等. 土壤中阳离子交换量分析方法的优化研究[J]. 中国农学通报, 2019, 35(15): 74-78.

Xiao Y X, Zhao Y, Wang Y J, et al. Analysis methods for cation ex-

change capacity in soil:Optimization[J]. Chinese Agricultural Sci-

ence Bulletin,2019,35( 15 ):74-78.

# Rapid determination of soil cation exchange capacity using a cation exchange capacity pretreatment system and a Kjeldahl apparatus

HU Meng-Ying<sup>1,2</sup>, ZHANG Peng-Peng<sup>1,2</sup>, XU Jin-Li<sup>1,2</sup>, LIU Bin<sup>1,2</sup>,  
ZHANG Ling-Huo<sup>1,2</sup>, DU Xue-Miao<sup>1,2</sup>, BAI Jin-Feng<sup>1,2</sup>

( 1. Institute of Geophysical and Geochemical Exploration , Chinese Academy of Geological Sciences , Langfang 065000 , China;2. Key Laboratory of Geochemical Exploration , Ministry of Natural Resources , Langfang 065000 , China )

**Abstract:** The soil cation exchange capacity (CEC) refers to the total amount of various cations that can be absorbed by soil colloids. It is an important measure of the buffering capacity and fertilizer retention capacity of soil and is also an indicator that must be analyzed in soil environment assessment. The conventional ammonium acetate exchange method described in Chinese forestry standard LY/T 1243—1999 has been widely used in soil and agrochemical laboratories in China due to its high stability, buffering capacity, and repeatability. However, when applied to the batch analysis of soil, this conventional method is time-consuming and has other shortcomings such as cumbersome steps and low efficiency. Based on previous studies, this study optimized the conventional ammonium acetate exchange method in three steps, namely centrifugation, distillation, and titration. Specifically, samples were treated with displacement using mixed EDTA and ammonium acetate solution and cleaning with ethanol using the CEC pretreatment system. Then, the ammonium ions displaced were determined using an automatic Kjeldahl apparatus, followed by the calculation of the CEC. This study discussed the effects of the stirring time of ammonium acetate, ethanol dosage, and distillation time in the Kjeldahl apparatus on CEC determined. On this basis, this study comprehensively established and optimized the method for determining the CEC in soil using the CEC pretreatment system and the Kjeldahl apparatus. As shown by the experimental results, under the optimal conditions of displacement time, ethanol dosage, and distillation time, the optimized method determined the CEC of a batch of samples ( 100 ) in only 8 h, which was shortened by nearly 85% compared with the conventional method, thus greatly improving the efficiency. As verified using the certified reference material for the chemical composition of first-grade soil, the determined CEC values agreed with the certified values, with relative standard deviations (  $n = 6$  ) of all less than 2%. The optimized method is characterized by high efficiency and simple operation and can greatly reduce possible errors caused by manual operation and improve the accuracy of results. Therefore, it is applicable to the bulk determination of soil CEC.

**Key words:** soil; cation exchange capacity (CEC); Kjeldahl apparatus; CEC pretreatment system

( 本文编辑:蒋实 )