



土壤中陽離子交換容量—醋酸銨法

中華民國83年2月23日（83）環署檢字第00529號公告

NIEA S201.60T

中華民國100年12月14日環署檢字第1000109874號公告修正為NIEA S201.61C



一、方法概要

土壤和過量的1M中性醋酸銨溶液混合，使銨離子和土壤中存在可交換的陽離子進行交換。以鈉離子將土壤中已交換的銨離子移除後，測定已交換銨離子之量，由銨離子含量計算出土壤中陽離子交換容量。

二、適用範圍

本方法適用於定量土壤的陽離子交換容量，但不能應用在含蛭石、高嶺土、多水高嶺土或其他1:1型黏土礦物之土壤。這些土壤必須使用醋酸鈉法分析，該方法(醋酸鈉法)較適合含石灰質的土壤，對呈酸性的土壤，可使用陽離子交換容量總和的方法[見參考資料十一、(二)]。

三、干擾

- (一) 土壤中若含少許蛭石、高嶺土、多水高嶺土或其他1:1型黏土礦物者，將造成交換容量值偏低。
- (二) 石灰質土壤中所釋出的碳酸鈣，進入醋酸銨溶液，會限制銨離子可交換位置之飽和度，造成測得的交換容量值偏低。

四、設備

- (一) 錐形瓶：500mL。
- (二) 瓷漏斗或同級品：直徑55mm。
- (三) 標準篩網：2mm(網目)。
- (四) 抽氣裝置(如圖一所示)。
 - 1. 凱氏燒瓶(Kjeldahlflask)：800mL。
 - 2. 錐形瓶：500mL。
 - 3. 玻璃棉過濾器。
 - 4. 玻璃管。
 - 5. 流量計。
 - 6. 瑪瑙研鉢。
- (五) 分析天平：可稱重至0.01g。
- (六) 定量瓶：1L。

五、試劑

- (一) 整個檢驗中，所使用之試劑必須為分析級試藥，如果不是特別註明，即表示所有試劑必須符合美國化學學會(ACS)分析試劑委員會所定之規格。其他等級之試劑亦可使用，但必須確認其純度不致降低分析結果之準確度。
- (二) 試劑水：去離子蒸餾水。

- (三) 中性醋酸銨溶液，1M：用水將114mL冰醋酸(99.5%)稀釋至約1L，加入138mL氫氧化銨(濃)，然後加水至約1980mL，測試溶液的pH值，若需要時，再加入氫氧化銨，直到pH值為7，用水稀釋溶液至2L。
- (四) 異丙醇：99%。
- (五) 中性氯化銨溶液，1M：溶解53.49g氯化銨於試劑水中，以氫氧化銨調整pH值至7.0，然後稀釋至1L。
- (六) 中性氯化銨溶液，0.25M：溶解13.37g氯化銨於試劑水中，以氫氧化銨調整pH值至7.0，然後稀釋至1L。
- (七) 草酸銨溶液，10%(w/v)：加90mL試劑水於10g草酸銨中，然後混合均勻。
- (八) 氫氧化銨稀釋液：加氫氧化銨(濃)於等體積的水中。
- (九) 硝酸銀溶液，0.1M：溶解15.39g硝酸銀於試劑水中，混合均勻，然後稀釋到1L。
- (十) 抽氣裝置所使用的試劑
 - 1.碳酸鈉溶液，5%(w/v)：加95mL試劑水於5g碳酸鈉中，混合均勻。
 - 2.凡士林油(石蠟油)。
 - 3.硫酸標準液，0.05M(0.1N)：加2.8mL濃硫酸於試劑水中，然後稀釋至1L，以已知濃度的鹼標定之。
 - 4.氫氧化鈉標準液，0.1M：溶解4.0g氫氧化鈉於試劑水中，然後稀釋至1L，以已知濃度的酸標定之。
 - 5.甲基紅指示劑，0.1%：溶解0.1g甲基紅於99.9mL95%乙醇中，混合均勻。
- (十一) 蒸餾裝置所使用的試劑
 - 1.酸化氯化鈉溶液，10%(w/v)：溶解100g氯化鈉(不含銨)於900mL試劑水中混合均勻，加入大約0.42mL濃鹽酸使溶液大約為0.005M。
 - 2.氫氧化鈉溶液，1M：溶解40g氫氧化鈉於試劑水中，並稀釋至1L。
 - 3.硼酸溶液，2%(w/v)：溶解20g硼酸於980mL試劑水中，混合均勻。
 - 4.硫酸標準溶液，0.05M(0.1N)：見五、(十)3。
 - 5.溴甲酚綠-甲基紅混合指示劑：置0.1g溴甲酚綠和2mL0.1M氫氧化鈉於瑪瑙研鉢中壓碎，然後加入95%乙醇至體積為100mL。置0.1g甲基紅和數mL95%乙醇於另一瑪瑙研鉢中壓碎，加3mL0.1M氫氧化鈉，然後用95%乙醇稀釋溶液至100mL，混合75mL溴甲酚綠溶液和25mL甲基紅溶液，然後再以95%乙醇稀釋混合液至200mL。

六、採樣及保存

- (一) 所有樣品現場之採集和保存必須符合採樣通則。
- (二) 將所採集之土壤樣品，置於乾淨之塑膠盤，除去其中所含之石礫、樹枝及雜物等，在無陽光直射空氣流通處經自然風乾3至7天後，全部樣品以木鎚打碎壓成粉末狀。繼用2mm標準篩網過篩，全部混合均勻後，貯存於塑膠罐或玻璃罐中密封以備分析，保存期限6個月。

七、步驟

- (一) 取經六、(二)處理過之部份風乾土壤測量其水分含量(W)，然後再稱取10.00g(精稱至0.01g)之風乾土壤樣品至500mL錐形瓶中。加入250mL中性1M醋酸銨溶液(若交換容量非常低，例如3-5meq/100g時，則取25.00g的土壤)，充分振盪錐形瓶，並靜置過夜。
- (二) 用55mm瓷漏斗或同級品，配合輕微的抽氣來過濾土壤，不要使土壤變得乾燥且龜裂。
- (三) 以中性醋酸銨試劑溶洗(leach)土壤，直到洗出液無法測出鈣為止。(鈣的測試：取10mL洗出液至試管中，各加入數滴中性1M氯化銨溶液、10%草酸銨溶液及氫氧化銨稀釋液，

再加熱至近沸騰，若鈣存在時，將顯出白色沈澱或混濁。

- (四) 以50mL中性1M氯化銨溶液溶洗土壤四次，再用50mL中性0.25M氯化銨溶液溶洗一次。
- (五) 以150至200mL 99%異丙醇洗出電解質，當洗出液中以0.10M硝酸銀溶液測試無氯離子時，則允許土壤中液體完全滴乾。
- (六) 以抽氣法[(六)、1]或酸化-氯化鈉法[(六)、2.]測定被土壤吸附的銨離子含量。

1. 抽氣法

- (1) 置過量的0.05M(0.1N)硫酸標準溶液於抽氣裝置(如圖一)之500mL的錐形瓶中(對大多數土壤而言，50mL為適當量)，然後加入10滴甲基紅指示劑和足夠的試劑水，使總體積約為100mL。
- (2) 連接此錐形瓶至抽氣裝置上，將含飽和銨離子的土壤樣品參考七、(五)]轉移至800mL凱氏燒瓶中，並使燒瓶連接於含標準酸的錐形瓶之前。必要時可使用塑膠刮勺和裝於洗滌瓶之試劑水，以完全地轉移土壤樣品。
- (3) 加150mL 5%碳酸鈉溶液和幾滴凡士林油於燒瓶中，並連接燒瓶至抽氣裝置上。
- (4) 於抽氣裝置末端處抽氣，調整空氣流速為450~500L/hr，繼續抽氣17小時。
- (5) 停止抽氣後，移開錐形瓶，以0.1M氫氧化鈉標準溶液滴定錐形瓶內吸收溶液中殘存的酸，原來之紅色經橘紅色轉變成黃色即為滴定終點。由空白溶液之滴定校正可計算出100g土壤中被吸附的銨離子毫克當量數(meq)。

2. 酸化-氯化鈉法

- (1) 以經酸化之10%氯化鈉溶液溶洗由七、(五)得到之含飽和銨的土壤，直到225mL溶液皆已通過樣品為止。溶洗過程中每次只加少量氯化鈉溶液，且每次應等所加入之氯化鈉溶液通過後再加下一部份。
- (2) 將洗出液移至800mL之凱氏燒瓶中，加入25mL 1M氫氧化鈉，蒸餾60mL溶液並以50mL 2%硼酸溶液收集餾出液。
- (3) 加10滴溴甲酚綠-甲基紅混合指示劑，用0.05M(0.1N)硫酸標準溶液滴定硼酸溶液，當顏色由藍綠色經藍紫色轉變為粉紅色時，即為滴定終點，作試劑空白試驗，以空白試驗值校正滴定數值並計算100g土壤中銨離子毫克當量數(meq)。

八、結果處理

結果註明係在pH等於7使用醋酸銨法所測得。

(一) 抽氣法

$$\text{陽離子交換容量 (meq / 100g)} = \frac{C \times (B - A)}{W / (1 + R)} \times 100$$

C：氫氧化鈉滴定溶液之濃度(M)。

A：樣品消耗氫氧化鈉滴定溶液之體積(mL)。

B：空白試劑消耗氫氧化鈉滴定溶液之體積(mL)。

W：風乾土壤之水分含水量。

R：稱取之土壤重(g)。

(二) 酸化-氯化鈉法

$$\text{陽離子交換容量 (meq / 100g)} = \frac{C \times (A - B)}{W / (1 + R)} \times 100$$

C：硫酸滴定溶液之濃度(M)。

A：樣品消耗硫酸滴定溶液之體積(mL)。

B：空白試劑消耗硫酸滴定溶液之體積(mL)。

W：風乾土壤之水分含水量。

R：稱取之土壤重(g)。

九、品質管制

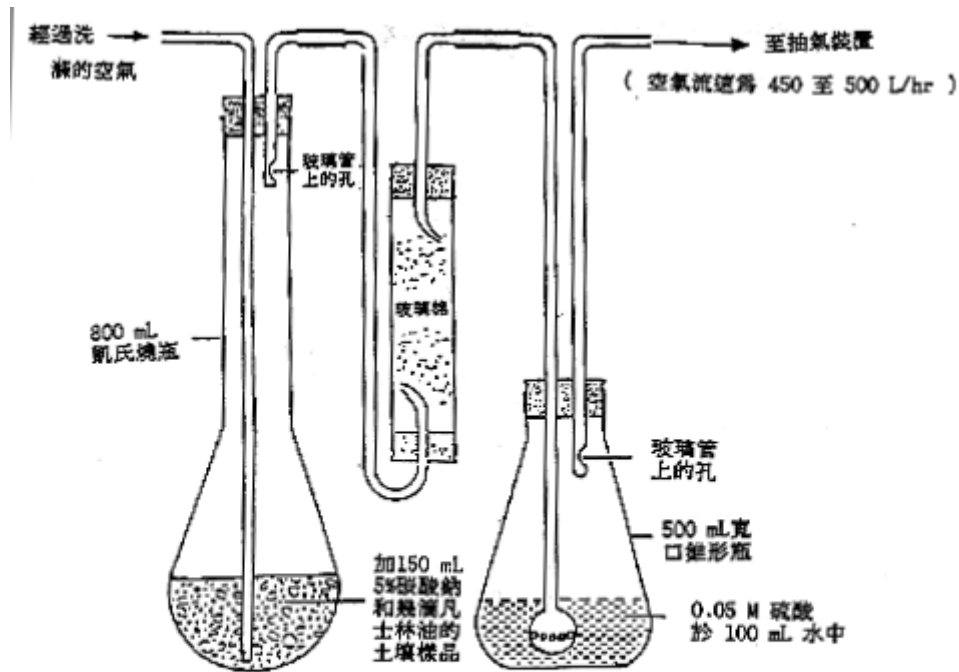
必須分析已知陽離子交換容量之土壤，當作實驗室品管樣品，以查驗分析過程的精密度及偏差。

十、精密度及準確度

略。

十一、參考資料

- (一) U.S. EPA, Cation-Exchange Capacity of Soils(Ammonium Acetate), Test Methods for Evaluating Solid Waste, Method 9080A.
- (二) Chapman, H.D., 1965, Cation-exchange Capacity, in C.A. Black(ed.), Method of Soil Analysis, Part 2: Chemical and Microbiological Properties, Am. Soc. Agron., Madison, Wisconsin, pp. 891-900.
- (三) 行政院環境保護署，1991。土壤水分含量測定方法—重量法，NIEAS280.60T。行政院環境保護署公報，總號第四十五號。PP.25-26。



圖一、銨離子吸附分析用之抽氣設備圖

註：對於例行工作分析，六到十二個此種裝置是較適合之數目；可放置在一個攜帶式之行李架內。

圖一、銨離子吸附分析用之抽氣設備圖

附錄：土壤中陽離子交換容量—醋酸銨法流程圖

