

基于重量法的畜禽粪肥全盐量测定方法

宋建超¹, 王 棱¹, 陶秀萍^{1*}, 刘壮壮², 刘崇涛¹, 李洋洋²

(1. 中国农业科学院都市农业研究所, 成都 610213; 2. 中国农业科学院农业环境与可持续发展研究所, 农业农村部设施农业节能与废弃物处理重点实验室, 北京 100081)

摘 要: 针对农用固体粪肥(畜禽粪肥)全盐量/水溶性盐总量的检测方法缺乏标准化、测定方法和步骤不统一的问题, 开展了重量法测定畜禽粪肥中全盐量的试验研究并验证了该方法的可行性, 旨在为农业生产提供更准确、可靠的畜禽粪肥质量评估手段。首先通过完全随机试验开展样水比例、振荡参数、浸提方式、浸出液吸取量的参数优化研究, 其次对全盐量影响较大的参数(振荡频率、离心时间和浸出液吸取量)采用正交试验设计形成 9 个处理进一步优化粪肥浸出液提取条件, 最后开展加标回收试验考察方法精密度和准确度。结果表明, 以畜禽固体粪污为主要来源直接使用或发酵后供农业使用的畜禽粪肥中全盐量/水溶性盐总量为 0~3% 时, 其测定的最佳参数条件是样水比为 1:5、振荡参数为 150 r/min 和 3 min、离心参数为 4 000 r/min 和 8 min、浸出液吸取量为 20~50 mL; 采用重量法在该参数条件下测定 6 种不同类型的畜禽粪肥样品中全盐量, 相对标准偏差在 3.7%~13.8%、加标回收率在 89.0%~106.1%, 能够满足实验室分析质量控制要求。该方法试剂用量少、节约成本、准确度和精密度高, 可大批量用于畜禽粪肥全盐量测试提高效率。

关键词: 粪; 参数; 优化; 全盐量; 重量法

doi: 10.11975/j.issn.1002-6819.202309093

中图分类号: X713

文献标志码: A

文章编号: 1002-6819(2023)-24-0245-09

宋建超, 王棱, 陶秀萍, 等. 基于重量法的畜禽粪肥全盐量测定方法[J]. 农业工程学报, 2023, 39(24): 245-253. doi: 10.11975/j.issn.1002-6819.202309093 <http://www.tcsae.org>

SONG Jianchao, WANG Ling, TAO Xiuping, et al. Determination of the total salt content of livestock and poultry manure using gravimetric method[J]. Transactions of the Chinese Society of Agricultural Engineering (Transactions of the CSAE), 2023, 39(24): 245-253. (in Chinese with English abstract) doi: 10.11975/j.issn.1002-6819.202309093 <http://www.tcsae.org>

0 引 言

畜禽粪污是畜禽养殖业污染防治的重点和难点。畜禽粪污通常可作为粪肥施用于养殖场周围农田, 是粪肥还田利用的有效途径。2023 年 8 月, 国家标准化管理委员会等联合发布了《关于推进畜禽粪污资源化利用标准体系建设的指导意见(国标委联(2023)36 号)》, 其中明确了畜禽粪肥就地就近还田利用和畜禽粪污还田有害物质限量标准的重要性。因此, 畜禽粪肥还田资源化利用需以有害物质限量为前提。畜禽粪肥会残留较高盐分, 就地就近还田后可能会造成农田盐渍化。数据显示, 全球盐碱地的面积高达 9.54 亿 hm^2 , 其中中国为 9 913 万 hm^2 ^[1-2]。各种盐碱土壤的形成主要源于各种易溶性盐类在土壤中积聚, 高盐含量的土壤会通过影响土壤团聚体的形成、阻碍土体水分运移等方面影响耕层土壤质量, 影响作物生长发育, 从而制约农业生产水平水平的提高^[3-7]。畜禽粪肥所含盐分对农田次生盐渍化风险未引起足够重视^[8-10], 在将畜禽粪肥还田利用前, 探明其全盐量/水溶性盐总量

对于粪污盐分解析及未来盐碱地治理至关重要。

目前国内外缺乏畜禽粪肥全盐量/水溶性盐总量的相关标准, 可采用电导法或者参考土壤盐分的重量法测定^[11]。电导法操作便捷, 但受畜禽粪肥盐分离子组成差异以及温湿度的影响且检测范围窄, 适用性较差^[12-13]。王辉等^[14]采用电导法测定了不同畜禽种类和不同区域之间粪便盐分含量, 检出范围 1.8~24.2 g/kg, 但是不同畜禽粪便的盐分测定结果易受不同种类及含量阴阳离子的影响。黄绍文等^[15]采用电导法测定了有机废弃物(鸡粪、猪粪、牛粪、羊粪、其他有机废弃物)浸出液的平均电导率为 7.7 mS/cm, 换算水溶性盐总量会有误差, 同时易受粪肥中复杂盐分组成的影响, 且不同种类畜禽粪肥中水溶性盐总量与电导率之间的关系和温度校正关系需重新标定^[16]。重量法可获得供试样品的绝对盐分含量, 具有直观反映样品含盐量变化和适用性强的优势^[13]。倪治华等^[17]采用重量法分析了 56 份畜禽粪便中盐分质量分数(干基), 检出范围 4.9~27.5 g/kg(平均值为 10.3 g/kg)。然而, 现有的重量法测定方法存在一些问题, 如过滤方式单一使得大批量样品测定效率低、浸提用水冲突、样品浸提液吸取量不统一以及测试参数水平不同等^[11, 18], 同时基于重量法畜禽粪肥全盐量测定方法的改进也尚无报道。

本研究基于畜禽粪肥中盐分残留风险以及全盐量检测方法缺乏的问题, 以重量法获得盐分绝对含量为研究基础, 选择畜禽粪肥(以畜禽粪便为原料)作为研究对

收稿日期: 2023-09-12 修订日期: 2023-12-20

基金项目: 现代农业产业技术体系资助项目(CARS-36); 中央级公益性科研院所基本科研业务费专项(S2023004)

作者简介: 宋建超, 助理研究员, 研究方向为农业废弃物处理与利用。

Email: a18735431445@163.com

※通信作者: 陶秀萍, 研究员, 博士生导师, 研究方向为畜禽养殖环境控制与废弃物处理。Email: taoxiuping@caas.cn

象,首次开展了其全盐量测定参数优化研究,探究最佳样水比例、离心替代现有抽滤获取浸出液的可行性、合理浸出液吸取量及振荡时间等,并通过加标回收试验验证方法的精密度和准确度,研究可为后续盐分减排和去除技术研发提供科学依据、促进种养循环农业和畜牧业可持续发展。

1 材料与方法

1.1 试验材料和试剂

采集某规模化奶牛场、猪场内的畜禽粪肥样品,分

别采集其 3 个不同质量分数有代表性的鲜粪、固液分离粪样、发酵粪样/沼渣共 6 种粪肥样品。采样时剔除大小砾石、毛发、动植物残体等杂物,参照《畜禽粪便监测技术规范: GB/T 25169-2022》^[19] 执行,装入自封袋,置于保温样品箱内,尽快送达检测实验室。

试剂:超纯水,电导率 $\leq 0.5\text{ }\mu\text{S/cm}$ 、煮沸 15 min 去除 CO_2 、冷却后立即使用;过氧化氢溶液,用过氧化氢(H_2O_2 , 30%, 优级纯)配制, 1:1 体积比;氯化钙,优级纯。

试验采用的主要仪器设备及其参数见表 1。

表 1 主要仪器设备及其参数
Table 1 Main instrumentation and its parameters

仪器设备 Instrumentations	型号 Model	厂商 Manufacturer	测试范围 Test range	检测精度 Accuracy
恒温电动振荡器 Electric constant-temperature oscillator	HZQ-X300	一恒科学仪器	振荡频率: 40~300 (r·min ⁻¹) 温度: 5~65 ℃	振荡频率: ± 1 (r·min ⁻¹) 温度: $\pm 0.2\text{ }^\circ\text{C}$
多功能台式高速冷冻离心机 Versatile desktop high-speed refrigerated centrifuge	Velocity 18R	Dynamica, CH	转速: 300~18 000 (r·min ⁻¹) 温度: -20~40 ℃	转速: ± 20 (r·min ⁻¹) 温度: $\pm 2\text{ }^\circ\text{C}$
电子天平 Electronic balance	ME204E/02	Mettler-Toledo, CH	0~220 g	0.1 mg 和 0.1 g
电热鼓风恒温干燥箱 Electrothermal constant temperature blast drying oven	101-1	苏珀仪器	室温~300 ℃	$\pm 2\text{ }^\circ\text{C}$
数显恒温水浴锅 Digital constant temperature water bath pot	HH-6	力辰邦西仪器	室温~99.9 ℃	$\pm 0.5\text{ }^\circ\text{C}$
微孔滤膜过滤器 Millipore filtration membranes filter	F-3100	德滤科技	0.45 μm	—

1.2 重量法测定步骤

将洗净的蒸发皿放入烘箱,在 105 ℃ 烘 2 h 后,放入干燥器内冷却至室温后称量,重复烘干、冷却、称量,直至质量恒定(即两次质量差小于 0.5 mg),放入干燥器中备用。称取粪肥样品(50.0 $\pm$ 0.1) g 放入 500 mL 广口塑料瓶中,加入无二氧化碳超纯水,将塑料瓶口密闭后置于振荡器上振荡。通过振荡将样品中可溶性盐分提取到溶液中,即为浸出液。将浸出液先通过纱布过滤后,上清液立即用垫有 0.45 μm 水系微孔滤膜的滤器抽滤或者离心。吸取滤液 20~50 mL,放入已恒质量蒸发皿内再置于水浴锅上蒸干。蒸干的蒸发皿稍冷后,向残渣中有色物质滴加少量过氧化氢溶液氧化,缓慢旋转蒸发皿至气泡消失,再置于水浴上蒸干,反复处理数次,直至残渣呈白色或颜色稳定不变为止。用滤纸擦干蒸发皿外部,将蒸发皿放入 105 ℃ 烘箱内,重复烘干、冷却、称量,直至质量恒定。

1.3 试验设计

1.3.1 完全随机试验设计

样水比的确定:直接影响粪肥可溶性盐分的提取,过小可能导致盐分提取不充分,过大则不利于后续操作。分别选择 1:2.5、1:5、1:10 样水比进行平行加标试验,即分别加入 125、250、500 mL 无二氧化碳超纯水,加入超纯水后将塑料瓶口密闭后在振荡器上以 150 r/min 振荡 3 min,振荡后通过纱布过滤,滤液再经抽滤后吸取浸出液 40 mL,用水浴锅水浴加热至近干、氧化处理后,用烘箱 105 ℃ 烘至质量恒定。每个水平重复 6 次,分析不同样水比下的全盐量、相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)和回收率,以确定最佳样水比例。

振荡参数的确定:直接影响到盐的溶解和释放过程。振荡频率设置 100、150、200 r/min 共 3 个水平,振荡时间设置 1、3、5、7 min 共 4 个水平,共 12 个处理,每个处理重复 6 次,同时设置传统重量法的抽滤方式作为对照。振荡后通过纱布过滤,滤液再以 4 000 r/min 离心 8 min,吸取浸出液 40 mL,同样采用重量法测定其全盐量。

浸提方式的选择:将获取浸出液的方法由抽滤改为离心法,并探讨科学的离心转速和时间。离心参数设置为转速和时间两个因素,其中离心转速设置 4 000、5 000、6 000、7 000 r/min 共 4 个水平,离心时间设置 4、6、8、10 min 共 4 个水平,共 16 个处理,每个处理重复 6 次,同时设置传统重量法的抽滤方式作为对照。离心完毕后收集上清液,用哈希浊度仪(美国 2100Q)测定浸出液浊度。吸取浸出液 40 mL,同样采用重量法测定其全盐量。

上述两组抽滤对照试验中,无二氧化碳超纯水体积为 250 mL、振荡参数为 150 r/min 和 3 min、浸出液吸取量为 40 mL,其余试验步骤同 1.2 节,每组对照试验重复 6 次。

浸出液吸取量的确定:吸取量过多会因盐类吸水,不易称至恒质量;过少则误差太大;保证试验结果精密度和准确度的前提下,吸取量应尽可能少以缩短蒸干时间。吸取浸出液 10、20、30、40、50 mL 共 5 个水平,每个水平重复 6 次,同样采用重量法测定其全盐量。

1.3.2 正交试验设计

根据完全随机试验结果,选用对全盐量影响较大的参数:振荡频率(100、150、200 r/min)、离心时间(6、8、10 min)、浸出液吸取量(10、20、30 mL),按 3

因素 3 水平正交试验表设计，共形成 9 个处理组，每个处理组重复 6 次（见表 2）。

表 2 正交试验设计

Table 2 Orthogonal test design			
处理组 Treated group	振荡频率 Oscillation frequency/(r·min ⁻¹)	离心时间 Centrifugation time/min	浸出液吸取量 Leachate uptake amount/mL
1	100	6	10
2	100	8	30
3	100	10	20
4	150	6	30
5	150	8	20
6	150	10	10
7	200	6	20
8	200	8	10
9	200	10	30

1.3.3 加标回收试验

每份相同的粪肥样品取两份，其中一份加入定量的氯化钙（一般为 0.5~3 倍待测组分含量）；两份同时按相同的测定步骤，采用质量法测定其全盐量，计算其 RSD 和加标回收率，分析方法精密度和准确度。

1.4 数据统计与分析

采用 SPSS 23.0 对数据进行极差、相关性分析及最小显著差异法（least significant difference, LSD 检验）分析；采用 Origin 2021 软件绘制图形。

1.5 样品测定方法

样品（湿基）中全盐量用水浸取，浸出液通过孔径 0.45 μm 的滤膜过滤或离心后，经水浴蒸干和氧化处理去除有机物后称其质量，即得全盐量。计算公式如下：

$$W = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\%$$

式中 W 为样品全盐量，%； m 为吸取浸出液相当于样品重，g； m_1 为蒸发皿与残渣的总质量，g； m_2 为烘干蒸发皿的质量，g。

2 结果与分析

2.1 完全随机试验参数分析

2.1.1 样水比例分析

不同样水比下的粪肥样品加标回收试验结果如表 3 所示，当样水比为 1:2.5 时，样品快速吸取水分，无浸出液滤出；当样水比为 1:5 时，4 种不同粪肥样品测定结果的 RSD 为 4.9%~10.0%，加标回收率（83.2%~115.8%）在合理范围 80%~120% 之间，测定结果的精密度好，准确度高；当样水比为 1:10 时，除样品 1 外，RSD 均大于 10.0%，变异性过大，且加标回收率过低（36.3%~72.2%）或过高（137.3%）。因此，确定粪肥全盐量采用质量法测定的最佳样水比为 1:5。

表 3 不同样水比下的粪肥样品加标回收试验

Table 3 Spiked recovery tests on manure samples at different sample-to-water ratios

样品 Samples	1:2.5				1:5				1:10			
	全盐量 Total salt/%	RSD/%	回收率 Recovery/%		全盐量 Total salt/%	RSD/%	回收率 Recovery/%		全盐量 Total salt/%	RSD/%	回收率 Recovery/%	
1	样品快速吸取水分，无浸出液				1.27±0.06	4.9	105.2±12.1		1.29±0.11	8.7	72.2±12.8	
2	0.40±0.02	5.0	55.0±4.7		0.48±0.03	5.6	83.2±5.3		0.79±0.12	15.0	36.3±13.6	
3	1.31±0.04	2.8	69.4±7.4		1.16±0.09	8.1	115.8±4.4		1.21±0.13	10.3	137.3±30.4	
4	样品快速吸取水分，无浸出液				0.52±0.05	10.0	84.3±2.7		0.43±0.09	20.2	68.2±15.0	

注：样品 1、2 分别为规模化猪场的固液分离粪样和沼渣，样品 3、4 分别为规模化奶牛场的粪便和发酵粪样；RSD 为对应样水比下全盐量的相对标准偏差。
Note: Samples 1 and 2 were solid-liquid separation manure and digestate from a large-scale pig farm, and samples 3 and 4 were fresh manure, and fermented manure from a large-scale dairy farm, respectively. RSD was the relative standard deviation of total salt at the corresponding sample-to-water ratio.

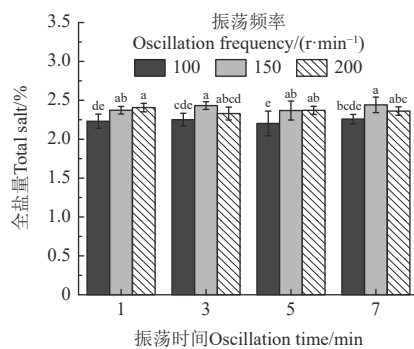
当测定含秸秆、垫料等粪肥中全盐量时，采用样水比 1:2.5，此时浸提水量添加过少使得样品吸取了全部水分，不利于后续振荡和过滤操作，且粪肥样品浸出液中盐分溶解得不完全。相对标准偏差 RSD 小于 10% 为弱变异，表示试验精确度高。当样水比 1:5 时，RSD 和回收率均在合理范围（RSD<10%、回收率为 80%~120%）内，此时浸出液中盐分溶解得较完全，且精密度和准确度好。当样水比为 1:10 时，测定结果的精密度、准确度不能满足分析质量控制要求。而倪治华等^[17]采用重量法按照肥水比 1:10 的质量比浸提猪、鸡、牛粪便样品（干基），测定出其盐分含量为 4.9~27.5 g/kg；LI 等^[20]按 1:10（质量体积比）样水比例测定鸡粪的电导率为（54.5±0.80）mS/cm，样水比的选取均与本研究 1:5 不一致，可能是因为粪源有机肥种类及其质地、所含杂质等特性会影响浸提所需样水比例，同时目前相关行业标准并未配套畜禽粪肥中全盐量测定，各相关研究尚无可执行的现行标准，实际试验研究过程中适宜样水比例需结合具体的研究条件与要求来深入分析和优化确定。

目前国内相关全盐量研究中，对于畜禽粪样或土壤及其饱和泥浆等样品中电导率（电导率与含盐量呈正相关）或含盐量测定，多采用 1:5 样水比例进行提取^[11, 21-25]。刘玉婷^[24]将鸡粪堆肥鲜样与去离子水以 1:5 质量比混匀，测定 1:5 鸡粪水浸提液的平均电导率值大于 8 mS/cm。曹云等^[23]采用肥水比 1:5（质量比）测定畜禽粪便电导率的试验表明，牛粪电导率在 2.0~2.5 mS/cm，低于猪粪和鸡粪。黄绍文等^[15]采用 1:5 样水比测定了 4 种有机废弃物中水溶性盐总量由大到小为：鸡粪、羊粪、猪粪、牛粪。同样，侯化刚等^[21, 25]采用 1:5 水土比来测定土壤电导率。以上报道采用的 1:5 样水比例均与本研究结果一致，进一步验证了 1:5 样水比例测定含盐量的可靠性。相比其他样水比例，1:5 样水比例在样品处理过程中能够较好地平衡样品与水之间的溶质交换和浸提效果，充分提取样品中水溶性盐分和离子物质，使测得的电导率和含盐量更加准确^[24]。然而，实际研究中仍需根据不同目标样品的特性和研究需求选择适宜的样水比例，以达到最佳试验效果和结果。

提取样品时需使用无二氧化碳蒸馏水（或同等纯度的水），这是因为空气中的二氧化碳以及蒸馏水中溶解的二氧化碳，都会影响碳酸钙、碳酸镁和硫酸钙的溶解度，继而影响浸出液的盐分含量^[11, 13]。各粪肥样品全盐量最高值在 3 种样水比均出现过，说明造成各样品中不同样水比例之间全盐量差异并非由样水比单一决定的，而是由粪肥中盐分类型、盐分离子组成、盐分溶解度以及添加浸提水量的差异性的综合影响^[26]。

2.1.2 振荡参数分析

不同振荡参数下粪肥全盐量如图 1 所示，在同一振荡时间下振荡频率在 100 r/min 时全盐量较低，此时盐分还没完全溶出；从 100 增加至 150 r/min，全盐量显著升高（ $P < 0.05$ ），150 和 200 r/min 时全盐量无差异（ $P > 0.05$ ），此时 150~200 r/min 全盐量稳定在 2.33%~2.44%，水溶性盐分基本溶出完成；考虑到振荡器经济性，确定振荡频率为 150 r/min。在同一振荡频率下振荡时间无显著差异，本研究采用国内标准《土壤检测 第 16 部分：土壤水溶性盐总量的测定：NY/T 1121.16-2006》^[18] 和《森林土壤水溶性盐分分析：LY/T 1251-1999》^[27] 通用的 3 min 振荡时间。



注：不同小写字母表示差异显著（ $P < 0.05$ ），下同。

Note: Different lowercase letters indicate significant differences ($P < 0.05$), the same below.

图 1 振荡参数对牛粪全盐量测定结果的影响

Fig.1 Effect of oscillation parameters on results of total salt in cattle manure

抽滤对照试验测得的全盐量为 2.38%，与振荡频率 100 r/min、振荡时间 1~7 min 差异显著（ $P < 0.05$ ），而与振荡频率 150~200 r/min、振荡时间 1~7 min 无显著差异（ $P > 0.05$ ），因此确定的振荡频率 150 r/min、振荡时间 3 min 可以作为获取粪肥浸出液的适宜参数。振荡参数处理组测定结果的相对标准偏差 RSD 在 2.1%~7.2%，变异性均很小，表明最佳振荡参数 150 r/min 振荡 3 min 可保证试验精确度，此时浸提样品易溶盐完全溶解出来，同时难溶盐（碳酸钙等）和中溶盐（硫酸钙等）不溶解或少溶解^[18]。

KONG 等^[28] 分别将 10 g 新鲜堆肥鸡粪、猪粪、羊粪和牛粪与 100 mL 蒸馏水（1:10 质量体积比）混合后以 180 r/min 振荡 30 min，测得电导率由大到小为：鸡粪、羊粪、牛粪、猪粪，其振荡频率和时间均高于本研究；刘丽雨等^[29] 采用 1:5 土水比制备土壤浸出液所测的 RSD 小于 10%，

其振荡参数为 180 r/min、3 min，振荡频率高于本研究采用的 150 r/min；而杨春霞等^[30] 按土水质量比 1:5 振荡提取 30 min 测定的设施土壤含盐量在 0.31~8.16 g/kg，其振荡时间高于本研究采用的 3 min；造成上述研究采用不同振荡参数的原因可能是待测样品种类、质地及其含量等特性的差异性所导致。

2.1.3 浸提方式分析

粪肥提取浸出液以不同的离心参数进行离心，其浊度会有所不同，且浸出液浊度的测定简单易得，通过测定浊度来明确离心参数的研究范围有助于更快速、准确地进行参数优化。不同离心参数下粪肥提取浸出液的浊度如图 2 所示，随着离心转速的增加和离心时间的延长下，浸出液浊度逐渐降低。同一离心转速下，4~6 min 内浊度随离心时间延长显著降低（ $P < 0.05$ ），但延长至 8 min 后浊度稳定。同一离心时间下，均在 4 000 r/min 时清澈度最低、7 000 r/min 时清澈度最高，浊度随离心转速增加而显著降低（ $P < 0.05$ ）。离心时间、转速与浸出液浊度均达极显著相关（ $P < 0.01$ ），离心时间和转速的交互效应对浸出液浊度也具有极显著影响（ $P < 0.01$ ）。

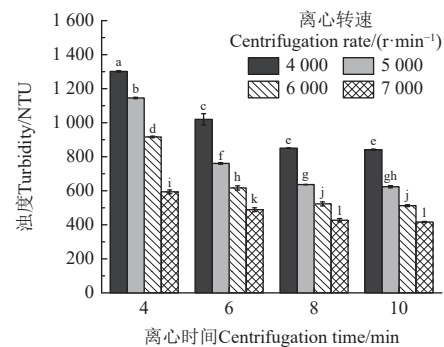


图 2 不同离心参数下浸出液浊度变化

Fig.2 Changes in turbidity of leachate under different centrifugation parameters

同一离心时间下，除 4 min，其他离心时间随着转速的增加，全盐量无显著差异（ $P > 0.05$ ），这意味着转速达 4 000 r/min 时，浸出液杂质已基本去除，水溶性盐分基本溶出完成（图 3），此时粪肥浸出液中可能残留部分胶体物质，经过过氧化氢溶液氧化处理后对全盐量无影响。4~8 min 时随着离心时间延长，少量盐分溶出，全盐量出现升高，8 和 10 min 时全盐量无差异（ $P > 0.05$ ），表明 8 min 后全盐量趋于稳定（1.95%~2.01%），水溶性盐分基本溶出完成。由此可见，离心转速 4 000~7 000 r/min、离心时间 8~10 min，全盐量趋于稳定。

抽滤对照试验测得的全盐量为 1.95%±0.08%，与离心转速 4 000~7 000 r/min、离心时间 8~10 min 下的全盐量差异不显著；而在离心时间 4~6 min 条件下抽滤测得的全盐量与部分离心组合全盐量无显著差异，但 4~6 min 离心条件下试验观察到蒸干所得杂质较多且过氧化氢氧化处理较难去除。考虑到离心机经济性、节省时间，确定离心转速为 4 000 r/min、离心时间 8 min 是离心法获得粪肥浸出液的最佳参数。

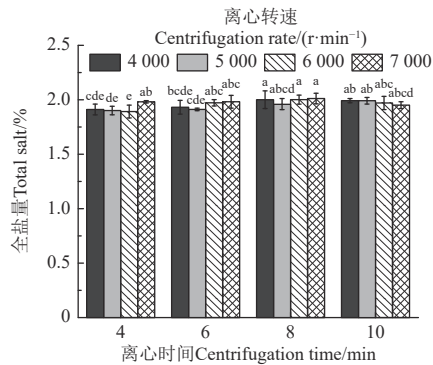


图 3 离心参数对牛粪全盐量测定结果的影响
Fig.3 Effect of centrifugation parameters on results of total salt in cattle manure

离心时间与全盐量测定结果呈极显著相关 ($P<0.01$), 离心时间和转速的交互效应对全盐量的影响也呈显著水平 ($P<0.05$), 而离心转速对全盐量无显著性影响。浸出液浊度和全盐量 $P=0.002$, 可见浸出液浊度、离心参数与全盐量测定结果三者间呈显著相关关系, 这可能是由于粪肥样品中的颗粒浓度、离心过程对颗粒沉淀的影响以及溶解盐的溶解度等因素共同作用所导致的。离心参数处理组测定结果的 RSD 在 0.3%~4.1%, 变异性均很小, 确定的最佳离心转速和时间为 4 000 r/min、8 min 可保证试验精确度。

在畜禽粪肥全盐量测定中获取浸出液可采用重力过

滤、减压抽滤和离心法^[13], 但在农田土壤监测评估、施肥计划制定、环境保护以及土壤治理等方面进行大批量样品的盐分测定时, 若粪肥样品浸出液较浑浊则重力过滤、减压抽滤会出现过滤难、耗时长等问题, 本研究表明, 此时可选择离心法高效率获取粪肥浸出液。离心法操作简单、具有高效性和可重复性, 被广泛应用制备粪便/粪肥分离液以提高粪便/粪肥浸提液分离效率^[31-32]。刘丽丽等^[29]采用重量法测定土壤水溶性盐总量的试验结果也表明, 离心对样品浸提液进行固液分离可大幅缩短样品处理时间, 提高了样品制备效率。与离心法相比, 采用常规抽滤方法制备粪肥浸出液时细小固体颗粒易堵塞滤膜使得滤液流速下降, 致使滤膜更换频繁, 耗时为 0.25~1.5 h, 但抽滤后所得滤液相对清亮且无颗粒物, 无需二次过滤; 抽滤制备粪肥浸出液时 6 次测得全盐量的 RSD 为 2.5%, 精密度和可重复性较高, 因此当粪肥浸出液较为清澈、无较多悬浮物质时可选择抽滤方式。

综上, 在畜禽粪肥的全盐量检测中, 可根据实验室条件和粪肥浸出液清澈程度, 推荐选择常规抽滤或者离心 (转速 4 000 r/min、时间 8 min) 2 种浸提方式。

2.1.4 浸出液吸取量分析

出液吸取量 10 mL 的全盐量较高, 吸取量增加至 20 mL 时全盐量显著降低, 20~50 mL 吸取量的全盐量稳定在 0.50%~0.52% (表 4), 前者全盐量是后者的 1.1~2.2 倍。

表 4 不同浸出液吸取量的全盐量测定结果
Table 4 Determination of total salt in different leachate uptake amounts

指标 Index	浸出液吸取量 Leachate uptake amounts/mL	样品 Samples			
		1	2	3	4
不同浸出液吸取量的全盐量 Total salt of different leachate uptake amount/%	10	0.99±0.18 a	1.10±0.15 a	1.03±0.11 a	1.80±0.06 a
	20	0.62±0.09 b	0.52±0.01 b	0.76±0.07 b	1.67±0.02 b
	30	0.39±0.06 c	0.50±0.01 b	0.78±0.02 b	1.63±0.02 b
	40	0.37±0.06 c	0.52±0.05 b	0.77±0.07 b	1.65±0.02 b
	50	0.37±0.03 c	0.52±0.06 b	0.78±0.06 b	1.67±0.07 b
不同浸出液吸取量中盐分质量 Mass of salt of different leachate uptake amount/mg	10	-	-	-	-
	20	-	21.0±0.4	30.4±2.8	66.9±0.9
	30	23.5±3.6	30.0±0.5	47.0±1.1	97.8±1.0
	40	29.8±4.9	41.9±3.8	61.7±5.7	131.8±1.7
	50	36.8±3.0	51.5±5.8	77.5±6.2	167.0±7.3
不同浸出液吸取量的相对标准偏差 Relative standard deviation (RSD) of different leachate uptake amount/%	10	18.0	14.0	10.9	3.4
	20	14.4	2.1	9.3	1.3
	30	15.1	1.8	2.3	1.0
	40	16.4	9.0	9.2	1.3
	50	8.2	11.3	8.0	4.3

注：不同字母表示差异显著 ($P<0.05$)；样品 1~3 分别为规模化猪场的沼渣 1、沼渣 2 和固液分离粪样, 样品 4 为规模化奶牛场粪便。
Note: Different letters indicate significant differences ($P<0.05$). Samples 1 to 3 were digestate 1, digestate 2 and solid-liquid separation manure from a large-scale pig farm, and sample 4 was fresh manure from a large-scale dairy farm.

如果全盐量 $\geq 0.5\%$, 则吸取 20 mL, 即可保证试验精确度同时减少浸出液蒸干时间、提高检测分析效率; 全盐量 $< 0.5\%$, 则吸取 30~50 mL (所取体积中保持盐分质量在 20~200 mg 之间)。

采用重量法测定土壤水溶性盐总量的研究报道, 刘丽丽等^[29]试验得出土壤水溶性盐总量在 0.35~1.48 g/kg 时浸出液吸取量为 20~50 mL, 其选取的浸出液吸取体积与本研究结果一致; 而张继成等^[33]研究结果显示, 当土壤水溶性盐总量小于 5 g/kg、吸取浸出液 50~100 mL, 土壤水溶性盐总量大于 5 g/kg、吸取浸出液

50 mL。可见, 重量法测定全盐量时浸出液吸取量应视待测样品种类及其盐分含量等特性而定。

2.2 正交试验设计

正交试验分析结果如表 5 所示, 9 个处理下全盐量在 1.61%~2.19%, 表明不同参数条件下全盐量略有差异。当全盐量大于 0.5% 条件下, 根据极差分析可知, 浸出液吸取量对提取的浸出液全盐量有极显著影响 ($P<0.01$), 振荡频率和离心时间对全盐量有显著影响 ($P<0.05$), 参数影响大小依次为浸出液吸取量、振荡频率、离心时间。振荡频率 100 r/min 下全盐量显著低于其他两种频率,

150 和 200 r/min 之间差异不显著; 离心时间 8 和 10 min 下全盐量无显著性差异, 但显著高于 6 min; 浸出液吸取量 10 mL 下全盐量显著低于其他两种吸取量, 20 和 30 mL 之间差异不显著。考虑到仪器经济性、节省蒸干时间及氧化试剂用量, 因此正交试验确定的最佳参数条件为振荡频率 150 r/min、离心时间 8 min、浸出液吸取量 20 mL。

表 5 正交试验极差和方差分析结果
Table 5 ANOVA and range results of orthogonal test

序号 Serial	振荡频率 Oscillation frequency/(r·min ⁻¹)	离心时间 Centrifugation time/min	浸出液吸取量 Leachate uptake amount/mL	全盐量 Total salt/%
1	100	6	10	1.66±0.05
2	100	8	30	2.02±0.01
3	100	10	20	2.00±0.01
4	150	6	30	2.01±0.02
5	150	8	20	2.16±0.02
6	150	10	10	2.02±0.03
7	200	6	20	2.04±0.10
8	200	8	10	1.95±0.04
9	200	10	30	2.15±0.05
K1	1.90	1.91	1.88	—
K2	2.06	2.04	2.07	—
K3	2.05	2.06	2.06	—
极差 Range	0.16	0.15	0.19	—
F	4.91	3.64	7.79	—
P	0.02	0.04	<0.01	—

2.3 加标回收试验

6 种不同类型的畜禽粪肥样品的 6 次测定结果的 RSD 在 3.7%~13.8%, 加标量在 0.2~1.0 g 内的粪肥样品加标回收率在 89.0%~106.1%, 表明方法的准确度和精密度能够满足畜禽粪肥中全盐量的实验室分析质量控制要求 (表 6)。

表 6 不同样品的加标回收试验结果
Table 6 Results of spiked recovery test for different samples

样品 Samples	本底全盐量 Background total salt/%	RSD/ %	加标量 Spiked amounts/g	回收率 Recovery/%
1	0.57±0.08	13.8	0.2	98.2±9.7
2	0.78±0.08	9.9	1.0	104.8±5.2
3	0.30±0.03	8.8	0.2	89.0±4.4
4	1.46±0.10	6.8	1.0	106.1±4.3
5	0.98±0.04	3.7	0.5	104.4±7.0
6	1.09±0.07	6.6	0.5	102.5±7.4

注: 样品 1~3 分别为规模化猪场的粪便、固液分离粪样和沼渣, 样品 4~6 分别为规模化奶牛场的粪便、固液分离粪样和发酵粪样; RSD 为对应样品中全盐量的相对标准偏差, 下同。
Note: Samples 1 to 3 were fresh manure, solid-liquid separated manure and digestate from a large-scale pig farm, and samples 4 to 6 were fresh manure, solid-liquid separated and fermented manure from a large-scale dairy farm, respectively. RSD was the relative standard deviation of total salt in the corresponding sample, the same below.

采集畜禽粪肥样品全盐量的平均值为 0.86%±0.38%, 范围介于 0.28%~1.60% 之间, 但同一畜禽种类以及不同畜禽之间的不同类型粪肥中全盐量差异显著 ($P<0.5$), 这是因为畜禽食用饲料中添加不同种类和数量的添加剂, 经畜禽体代谢后以阴阳离子的形式进入畜禽粪便, 以及畜禽养殖规模和养殖管理的差异均可导致后续粪肥中盐分含量存在差异^[14, 17, 34]。6 种不同类型的畜禽粪肥中全盐量较高 (0.30%~1.46%), 测定结果与已有研究结果^[14, 17, 34-35]相似 (0.18%~2.75%), 因此, 规模化养殖畜禽粪肥在

农用还田过程中应注重其施用后对农田土壤次生盐渍化的影响。

2.4 验证试验

对以上优化确定的畜禽粪肥中全盐量的最佳测定参数, 即样水比 1:5、振荡参数 150 r/min 和 3 min、离心参数 4 000 r/min 和 8 min、浸出液吸取量 20 mL (全盐量≥0.5%) 或 30~50 mL (全盐量<0.5%) 委托 3 家实验室采用重量法分别对不同类型畜禽粪肥样品中全盐量测定进行了验证试验 (表 7), 结果表明, 不同实验室采用优化得到的最佳测定参数测定畜禽粪肥中全盐量的测定结果无显著性差异; 当 6 种畜禽粪肥样品中全盐量在 0.80%~2.12% 时, 实验室间 RSD 分别为 2.0%、6.2%、0.9%、2.1%、7.6% 和 2.7%, 变异性均小于 10%, 可保证试验精确度。

表 7 不同验证实验室测定的全盐量
Table 7 Total salt in different validation labs

样品 Samples	不同实验室测定全盐量 Total salt determined by different labs/%			RSD/%
	1	2	3	
1	1.86±0.09	1.83±0.04	1.79±0.02	2.0
2	0.96±0.09	1.09±0.08	1.01±0.04	6.2
3	0.81±0.06	0.81±0.01	0.80±0.06	0.9
4	2.03±0.05	2.12±0.02	2.05±0.02	2.1
5	0.98±0.04	0.86±0.04	0.98±0.07	7.6
6	1.09±0.07	1.07±0.02	1.13±0.05	2.7

综上, 采用重量法测定畜禽粪肥中全盐量在保证方法精确度的同时可以提高大批量样品检测效率、节省成本。基于本文重量法得到的优化参数, 可以准确制备粪肥浸出液且离心操作易行、简单快速、可大幅缩短样品制备处理时间, 同时试剂仅一种过氧化氢且用量较少、成本较低。对于以畜禽固体粪污为原料的畜禽粪肥, 重量法可以为全盐量测定提供可行的检测手段和方法。

3 结 论

1) 当采用重量法对盐分质量分数为 0~3% 的畜禽粪肥进行全盐量测定时, 优化得到全盐量测定最佳参数为样水比 1:5、振荡参数 150 r/min 和 3 min、离心参数 4 000 r/min 和 8 min、浸出液吸取量 20 mL (全盐量≥0.5%) 或 30~50 mL (全盐量<0.5%)。

2) 采用重量法在最佳参数条件下测定不同类型的畜禽粪肥样品全盐量, 相对标准偏差在 3.7%~13.8%、加标回收率在 89.0%~106.1%, 能够满足实验室分析质量控制要求。

3) 建立了重量法测定畜禽粪肥中全盐量的方法, 该方法测定精密度和准确度高、实用性强, 可大批量样品测定。

[参 考 文 献]

[1] 刘淼, 王志春, 杨福, 等. 生物炭在盐碱地改良中的应用进展[J]. 水土保持学报, 2021, 35(3): 1-8.
LIU Miao, WANG Zhichun, YANG Fu, et al. Application progress of biochar in amelioration of saline-alkaline soil[J].

- Journal of Soil and Water Conservation, 2021, 35(3): 1-8. (in Chinese with English abstract)
- [2] AMINI S, GHADIRI H, CHEN C, et al. Salt-affected soils, reclamation, carbon dynamics, and biochar: A review[J]. Journal of Soils and Sediments, 2015, 16(3): 939-953.
- [3] 冯艳琼, 何彤慧, 陈向全, 等. 盐生草甸群落的植物多样性与土壤质地、盐分关系的研究[J]. 草地学报, 2020, 28(6): 1682-1689.
- FENG Yanqiong, HE Tonghui, CHEN Xiangquan, et al. Study on the relationship between plant diversity and soil texture and salinity of saline meadow community[J]. Acta Agrestia Sinica, 2020, 28(6): 1682-1689. (in Chinese with English abstract)
- [4] 廖海, 栗现文, 陈俊英, 等. 原状盐渍土不同盐分含量对土壤水分特征曲线的影响[J]. 节水灌溉, 2021(1): 7-13.
- LIAO Hai, LI Xianwen, CHEN Junying, et al. Effects of different salt contents of undisturbed saline soil on soil moisture characteristic curves[J]. Water Saving Irrigation, 2021(1): 7-13. (in Chinese with English abstract)
- [5] JIN J, RAN S, LIU T. Impact of irrigation methods on soil salt content and their differences in whole cotton growing season in arid area of northwest China[J]. Journal of Resources and Ecology, 2016, 7(6): 453-463.
- [6] XU Y, MA T, YUAN Z, et al. Spatial patterns in pollution discharges from livestock and poultry farm and the linkage between manure nutrients load and the carrying capacity of croplands in China[J]. Science of the Total Environment, 2023, 901: 166006.
- [7] DING S, WANG B, FENG Y, et al. Livestock manure-derived hydrochar improved rice paddy soil nutrients as a cleaner soil conditioner in contrast to raw material[J]. Journal of Cleaner Production, 2022, 372: 133798.
- [8] 董心怡, 李晶, 巩细民, 等. 湖北省秸秆和畜禽粪污还田化肥替代潜力与环境承载力分析[J]. 农业工程学报, 2022, 38(15): 277-286.
- DONG Xinyi, LI Jing, GONG Ximin, et al. Reduction potential and environmental carrying capacity of straw and livestock manure returning to fields in Hubei Province of China[J]. Transactions of the Chinese Society of Agricultural Engineering (Transactions of the CSAE), 2022, 38(15): 277-286. (in Chinese with English abstract)
- [9] 郭薇仪, 崔建宇, 张望, 等. 泛种养结合视角下北京市养殖业土地承载力评估[J]. 农业工程学报, 2021, 37(17): 242-250.
- GUO Weiyi, CUI Jianyu, ZHANG Wang, et al. Assessment of land carrying capacity of animal production in Beijing from a wider perspective of combination of planting and animal breeding[J]. Transactions of the Chinese Society of Agricultural Engineering (Transactions of the CSAE), 2021, 37(17): 242-250. (in Chinese with English abstract)
- [10] 周海滨, 丁京涛, 孟海波, 等. 中国畜禽粪污资源化利用技术应用调研与发展分析[J]. 农业工程学报, 2022, 38(9): 237-246.
- ZHOU Haibin, DING Jingtao, MENG Haibo, et al. Survey and development analysis of resource utilization technology of livestock and poultry wastes in China[J]. Transactions of the Chinese Society of Agricultural Engineering (Transactions of the CSAE), 2022, 38(9): 237-246. (in Chinese with English abstract)
- [11] 鲍士旦. 土壤农化分析(第三版) [M]. 北京: 中国农业出版社, 2000.
- [12] 徐荣, 严瑾, 王保勤, 等. 电热板蒸发-重量法测定水中全盐量[J]. 化学分析计量, 2016, 25(5): 24-27.
- XU Rong, YAN Jin, WANG Baoqin, et al. Determination of total salt content in water by gravimetric method with heating plate evaporation[J]. Chemical Analysis and Meterage, 2016, 25(5): 24-27. (in Chinese with English abstract)
- [13] 芦远闯, 许华森, 王晨宇, 等. 基于质量法的土壤水溶性盐总量测定方法改进[J]. 土壤通报, 2022, 53(4): 815-820.
- LU Yuanchuang, XU Huasen, WANG Chenyu, et al. Improvement of the determination method for total amount of soil water-soluble salts based on gravimetric method[J]. Chinese Journal of Soil Science, 2022, 53(4): 815-820 (in Chinese with English abstract)
- [14] 王辉, 董元华, 张绪美, 等. 江苏省集约化养殖畜禽粪便盐分含量及分布特征分析[J]. 农业工程学报, 2007, 23(11): 229-233.
- WANG Hui, DONG Yuanhua, ZHANG Xumei, et al. Salinity contents and distribution of dry animal manures on intensified farms in Jiangsu Province[J]. Transactions of the Chinese Society of Agricultural Engineering (Transactions of the CSAE), 2007, 23(11): 229-233. (in Chinese with English abstract)
- [15] 黄绍文, 唐继伟, 李春花. 我国商品有机肥和有机废弃物中重金属、养分和盐分状况[J]. 植物营养与肥料学报, 2017, 23(1): 162-173.
- HUANG Shaowen, TANG Jiwei, LI Chunhua. Status of heavy metals, nutrients, and total salts in commercial organic fertilizers and organic wastes in China[J]. Journal of Plant Nutrition and Fertilizers, 2017, 23(1): 162-173. (in Chinese with English abstract)
- [16] 罗毅, 胡顺军, 王兴繁, 等. 一种电导率指标测可溶性盐分含量新方法[J]. 土壤学报, 2012, 49(6): 1257-1261.
- LUO Yi, HU Shunjun, WANG Xingfan, et al. A new method to determine soil soluble salt using electrical conductivity index[J]. Acta Pedologica Sinica, 2012, 49(6): 1257-1261. (in Chinese with English abstract)
- [17] 倪治华, 孙万春, 林辉, 等. 浙江省畜禽粪源有机肥质量安全风险与控制对策[J]. 浙江农业学报, 2020, 32(2): 299-307.
- NI Zhihua, SUN Wanchun, LIN Hui, et al. Quality risk assessment and management of manure based organic fertilizers in Zhejiang[J]. Acta Agriculturae Zhejiangensis, 2020, 32(2): 299-307. (in Chinese with English abstract)
- [18] 中华人民共和国农业部. 土壤检测 第 16 部分: 土壤水溶性盐总量的测定: NY/T 1121.16-2006 [S]. 北京: 中国农业出

- 版社, 2006-10.
- [19] 国家市场监督管理总局, 国家标准化管理委员会. 畜禽粪便监测技术规范: GB/T 25169-2022 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2022-12.
- [20] LI B, JEON M K, LI X, et al. Differential impacts of salinity on antibiotic resistance genes during cattle manure stockpiling are linked to mobility potentials revealed by metagenomic sequencing[J]. *Journal of Hazardous Materials*, 2023, 445: 130590.
- [21] 侯化刚, 王丹阳, 马斯琦, 等. 黄河三角洲不同盐渍度土壤有机质含量的高光谱预测研究[J]. *中国农业科学*, 2023, 56(10): 1905-1919.
- HOU Huagang, WANG Danyang, MA Siqu, et al. Hyperspectral prediction of organic matter in soils of different salinity levels in the yellow river delta[J]. *Scientia Agricultura Sinica*, 2023, 56(10): 1905-1919. (in Chinese with English abstract)
- [22] 韩雨航, 马玉涛, 苑佰飞, 等. 粪肥对苏打盐碱地土壤有机碳组分特征的影响[J]. *福建农业学报*, 2022, 37(3): 390-397.
- HAN Yuhang, MA Yutao, YUAN Baifei, et al. Effect of manure fertilization on soda saline-alkali soil in western Jilin province[J]. *Fujian Journal of Agricultural Sciences*, 2022, 37(3): 390-397. (in Chinese with English abstract)
- [23] 曹云, 常志州, 黄红英, 等. 畜禽粪便堆肥前期理化及微生物性状研究[J]. *农业环境科学学报*, 2015, 34(11): 2198-2207.
- CAO Yun, CHANG Zhizhou, HUANG Hongying, et al. Chemical and biological changes during early stage of composting of different animal wastes[J]. *Journal of Agro-Environment Science*, 2015, 34(11): 2198-2207. (in Chinese with English abstract)
- [24] 刘玉婷. 禽粪好氧堆肥过程中氮素转化与菌群互作规律的研究 [D]. 大连: 大连理工大学, 2018.
- LIU Yuting. The Interaction Mechanism of Nitrogen Transformation and Bacterial Dynamics During Aerobic Composting of Poultry Manure [D]. Dalian: Dalian University of Technology, 2018. (in Chinese with English abstract)
- [25] 李明源, 王继莲, 周茜, 等. 南疆四种盐生植物根际土壤真菌群落结构特征[J]. *生态学报*, 2021, 41(21): 8484-8495.
- LI Mingyuan, WANG Jilian, ZHOU Qian, et al. Analysis on the rhizosphere fungal community structure of four halophytes in Southern Xinjiang[J]. *Acta Ecologica Sinica*, 2021, 41(21): 8484-8495. (in Chinese with English abstract)
- [26] 郭新送, 宋付朋, 鞠正山. 不同土水比土壤浸提液与饱和泥浆电导率的比较研究[J]. *土壤*, 2015, 47(4): 812-818.
- GUO Xinsong, SONG Fupeng, JU Zhengshan. Comparative study on electrical conductivity between saturated soil paste and saturated soil solutions under different soil/water ratios[J]. *Soils*, 2015, 47(4): 812-818. (in Chinese with English abstract)
- [27] 国家林业局. 森林土壤水溶性盐分分析: LY/T 1251-1999 [S]. 北京: 中国林业出版社, 1999-11.
- [28] KONG Y, WANG G, CHEN W, et al. Phytotoxicity of farm livestock manures in facultative heap composting using the seed germination index as indicator[J]. *Ecotoxicology and Environmental Safety*, 2022, 247: 114251.
- [29] 刘丽丽, 马会芳, 占国艳, 等. 重量法测定土壤水溶性盐总量的优化[J]. *中国无机分析化学*, 2023, 13(6): 661-670.
- LIU Lili, MA Huifang, ZHAN Guoyan, et al. Optimization of water-soluble salt in soil by gravimetric method[J]. *Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry*, 2023, 13(6): 661-670. (in Chinese with English abstract)
- [30] 杨春霞, 张艳, 李彩虹, 等. 宁夏设施土壤盐分离子组成及含量变化特点[J]. *西北农业学报*, 2014, 23(1): 201-206.
- YANG Chunxia, ZHANG Yan, LI Caihong, et al. Ion composition and content changes of greenhouse soil in Ningxia[J]. *Acta Agriculturae Boreali-occidentalis Sinica*, 2014, 23(1): 201-206. (in Chinese with English abstract)
- [31] HJORTH M, CHRISTENSEN K V, CHRISTENSEN M L, et al. Solid-liquid separation of animal slurry in theory and practice: A review[J]. *Agronomy for Sustainable Development*, 2010, 30(1): 153-180.
- [32] LIU Z, CARROLL Z S, LONG S C, et al. Centrifuge separation effect on bacterial indicator reduction in dairy manure[J]. *Journal of Environmental Management*, 2017, 191: 268-274.
- [33] 张继成, 陈娟, 栾辉, 等. 电导率结合质量法测定沿海地区盐渍化土壤水溶性盐含量的可行性研究—以东营市为例[J]. *河北农业科学*, 2023, 27(2): 104-108.
- ZHANG Jicheng, CHEN Juan, LUAN Hui, et al. Feasibility study on the determination of water-soluble salt content in saline soil in coastal areas using conductivity combined with mass method—a case study of Dongying City[J]. *Journal of Hebei Agricultural Sciences*, 2023, 27(2): 104-108. (in Chinese with English abstract)
- [34] 王辉, 董元华, 张绪美, 等. 集约化养殖畜禽粪便农用对土壤次生盐渍化的影响评估[J]. *环境科学*, 2008, 29(1): 183-188.
- WANG Hui, DONG Yuanhua, ZHANG Xumei, et al. Risk of soil salinisation by application of concentrated animal manures[J]. *Environmental Science*, 2008, 29(1): 183-188. (in Chinese with English abstract)
- [35] 张树清, 张夫道, 刘秀梅, 等. 规模化养殖畜禽粪主要有毒成分测定分析研究[J]. *植物营养与肥料学报*, 2005, 11(6): 822-829.
- ZHANG Shuqing, ZHANG Fudao, LIU Xiumei, et al. Determination and analysis on main harmful composition in excrement of scale livestock and poultry feedlots[J]. *Journal of Plant Nutrition and Fertilizers*, 2005, 11(6): 822-829. (in Chinese with English abstract)

Determination of the total salt content of livestock and poultry manure using gravimetric method

SONG Jianchao¹, WANG Ling¹, TAO Xiuping^{1*}, LIU Zhuangzhuang², LIU Chongtao¹, LI Yangyang²

(1. *Institute of Urban Agriculture, Chinese Academy of Agricultural Sciences, Chengdu 610213, China*; 2. *Key Laboratory of Energy Conservation and Waste Management in Agricultural Structures, Ministry of Agriculture and Rural Affairs, Institute of Environment and Sustainable Development in Agriculture, Chinese Academy of Agricultural Sciences, Beijing 100081, China*)

Abstract: Livestock and poultry manure is often used as organic fertilizer in the farmland surrounding large-scale farms, which is an effective method for recycling manure in agricultural settings. However, the salt content of livestock and poultry manure has not received sufficient attention in terms of the risk of salinization of agricultural land. Before applying livestock and poultry manure to fields, it is crucial to determine its total salt content or water-soluble salt content for salt analysis and management of saline-alkaline land. Unfortunately, there is a lack of standards and methods for determining the total salt content of livestock manure both domestically and internationally. Given the absence of standardized detection methods, the non-uniformity of determination methods, and the loss of potential salt residue, we conducted experimental research by gravimetric method. This study aimed to determine the total salt content in livestock and poultry manure and validate the feasibility, with the goal of providing a more accurate and reliable means of assessing the quality of livestock and poultry manure for agricultural production. Firstly, we conducted a completely randomized trial to optimize the sample-to-water ratio, oscillation parameters, leaching method, and leachate uptake. Subsequently, an orthogonal experimental design was used to evaluate three key parameters, including oscillation frequency, centrifugation time, and leachate uptake. Nine treatment combinations were formed to optimize the conditions for manure leachate extraction. Finally, a spiked recovery test was performed to assess the precision and accuracy of the method. The results indicated that the optimal conditions for determining the total salt or water-soluble salt content in livestock manure, with solid manure as the primary source, were as follows: a ratio of 1:5 for sample-to-water, oscillation at 150 r/min for 3 minutes, centrifugation at 4 000 r/min for 8 minutes, and leachate uptake of 20-50 mL. Moreover, it has been demonstrated that centrifugation can effectively replace the existing air suction filtration method for obtaining leachate. There was a significant correlation observed between the turbidity of the leachate from livestock and poultry manure and the centrifugation parameters, as well as the results of total salt determination. Leachate uptake volume had the greatest influence on the total salt content in the leachate from livestock and poultry manure, oscillation frequency took the second place, and centrifugation time had the weakest effect. According to the gravimetric method, we determined the total salt content of six different livestock manure samples under these optimized parameter conditions. The measured results exhibited relative standard deviations (RSDs) ranging from 3.7% to 13.8% and recovery rates ranging from 89.0% to 106.1%, meeting the requirements of analytical quality control in the laboratory. The established gravimetric method for determining the total salt content in livestock manure offers advantages such as low reagent usage, cost savings, high accuracy and precision, and practicality. It can be applied on a large scale to test the total salt content in livestock manure, thereby improving efficiency. This study provides a scientific foundation for the research and development a technology of salt reduction, and contributes to the sustainable development of integrated crop-livestock agriculture.

Keywords: manure; parameters; optimization; total salt; gravimetric method