

文章编号: 0254 - 5357(2012)05 - 0842 - 07

新型沙漠土壤水分真空抽提装置的研制与应用

孙江¹, 饶文波^{1*}, 孙雪¹, 周慧芳¹, 苏治国²

(1. 河海大学地球科学与工程学院同位素水文研究所, 江苏 南京 210098;

2. 河海大学水文水资源与水利工程科学国家重点实验室, 江苏 南京 210098)

摘要: 稳定同位素分析技术是解译干旱-半干旱区沙漠土壤水分运动信息的较好工具。该技术难点不是同位素测试本身,而是用于同位素分析的土壤水分抽提。针对这一难点,本研究对传统抽提装置进行改进。改进型土壤水分抽提装置为支路并联玻璃管路结构,采用真空抽提和液氮冷凝结合收集土壤水分。新装置工作时真空度高且稳定,由实验室原装置的5 Pa提高到0.5 Pa,水分抽提回收率接近100%;其样品装载最多可达600 g,水分收集最大容量为15 mL,显著优于国外典型装置。条件实验显示,相应水分同位素 δ 值的标准偏差 $<1\%$,表明新装置性能良好,满足测试要求;105℃条件下沙漠水分真空蒸馏抽提时间最少只需要20 min,就能保证水分的充分收集及其同位素没有明显分馏。新型装置的显著特点是适合不同湿度类型、不同质量的样品抽提,且水分抽提回收率高,还具有造价低廉、操作灵活及易维护等特点,与实验室原装置相比,工作效率提高了一倍。野外沙样土壤水分抽提实验及其同位素分析进一步证实了改进型新装置在同位素水文研究中具有重要的应用价值。

关键词: 真空抽提; 装置优化; 稳定同位素; 土壤水; 北方沙漠

中图分类号: O628; X142

文献标识码: B

A New Vacuum-distilled Extraction Apparatus for Desert Soil Water and Its Application

SUN Jiang¹, RAO Wen-bo^{1*}, SUN Xue¹, ZHOU Hui-fang¹, SU Zhi-guo²

(1. Institute of Isotope Hydrology, School of Earth Sciences and Engineering,

Hohai University, Nanjing 210098, China;

2. State Key Laboratory of Hydrology-Water Resources and Hydraulic Engineering,

Hohai University, Nanjing 210098, China)

Abstract: The stable isotopic technique is a good tool to trace information on soil water movement in arid and semi-arid regions. Soil water extraction, rather than isotopic measurement, is the bottleneck in this technique. To solve this problem, a new device has been developed, based on the conventional vacuum extraction in our laboratory. The new device is mostly composed of glass tubes with two parallel connections. The combination of vacuum extraction and liquid nitrogen condensation was applied to collect soil water and the working vacuum was improved to around 0.5 Pa from 5 Pa. For this new device, which is better than other devices, the maximum load capacity of the soil sample and the maximum collection volume of soil water were 600 g and 15 mL respectively. A series of experiments show that the standard deviation of δD and $\delta^{18}O$ are both less than 1%, indicating a good quality for

收稿日期: 2012-01-09; 接受日期: 2012-06-29

基金项目: 国家自然科学基金项目(40973001)

作者简介: 孙江, 硕士研究生, 地质资源与地质工程专业。E-mail: taiyangfeng23@126.com。

通讯作者: 饶文波, 研究员, 博士生导师, 主要从事同位素水文与环境地球化学研究。E-mail: raowenbo@163.com。

this new device. These experiments also demonstrate that it takes only 20 min to completely extract soil water from desert sand at 105°C without significant mass fractionation. This new device is more flexible for various extractions of samples with different weights and moistures with a good water recovery, and is also characterized by a low cost, simple operation and cheap maintenance. Compared with the conventional device, the work efficiency of the new device has been doubled. In addition, the extractions of field samples and isotopic investigations further demonstrate the importance of the new device in the study of isotope hydrology.

Key words: vacuum extraction; apparatus optimization; stable isotope; soil water; deserts in North China

沙漠地区是全球干旱-半干旱区的主要组成^[1],以降水少、蒸发强、风沙大著称,其土壤水不仅是植物生长的主要水源,也是土壤溶质运移及土壤环境的关键控制因素^[2]。准确描述土壤水的下渗、蒸发、渗透等水文过程对于干旱沙漠有限的水资源管理和利用尤为重要。稳定同位素示踪技术在这方面具有显著的优势^[3]。通常,该技术包括两部分:土壤水分抽提及其稳定同位素测定,其难点并不在于同位素测试本身而是土壤水抽提。

为了突破土壤水抽提技术的瓶颈,在过去几十年里,学者们提出了多种土壤水抽提技术^[4]。这些已有的技术可概括为如下几种:机械压榨法^[5]、共沸法^[6]、离心法^[7]、微量蒸馏法^[8]及真空蒸馏法^[9]。由于真空蒸馏技术操作相对简单且无需添加化学物质,近年来在诸多学科领域中得到了越来越广泛的应用^[10]。然而,如何提高土壤水真空蒸馏提取装置的性能以应对当前众多研究项目中大量的测试样品已迫在眉睫。国外在这方面的研发工作相对较多,但由于成本高、操作较复杂且用样少,该类型装置仅局限在少数实验室使用。而国内在这方面的研发相对落后,目前大部分实验室真空蒸馏装置还停留在国外二十世纪八九十年代的水平。针对这一局面,本文对实验室原有的土壤水真空蒸馏装置进行改进,研制出一套组合型装置,通过条件实验,检验该套改进型装置的工作温度、压强及样品用量等主要性能,优化其对沙漠土壤样品抽提的最佳条件,并与实验室原有装置及国外典型装置进行对比,进一步尝试改进型新装置在沙漠同位素水文研究中的应用。

1 实验部分

1.1 仪器及工作条件

新型沙漠土壤水分真空抽提装置:玻璃管路、装样瓶及水样收集冷阱(自行研制);2XZ-4型旋片真空泵(中国台州市博奥真空设备有限公司,极限压力 1.0×10^{-2} Pa);ZDZ-52T型真空(压力)指示器(中国成都睿宝电子科技有限公司,使用温度为5~35°C,

测量范围 $0.1 \sim 1.0 \times 10^5$ Pa,控制精度 $\pm 1\%$);ZNHW型电热套(中国巩义市予华仪器有限责任公司,温控范围为室温至400°C,控温精度 $\pm 1^\circ\text{C}$)。

新装置的工作条件:①真空条件,整个提取过程稳定于0.5 Pa;②加热条件,实验时加热装置恒温于105°C;③冷凝条件,液氮冷凝,恒温于-196°C。

MAT 253型同位素质谱仪(美国ThermoFisher Scientific公司,真空度 1.3×10^{-6} Pa)。

AL 204型电子天平(梅特勒-托利多公司,精确度等级:I级,测量范围0~210 g,实际分度值0.0001 g,检定分度值0.001 g)。

DGG-9240A型电热恒温鼓风干燥箱(中国上海森信实验仪器有限公司,工作环境湿度 $< 80\%$,加热温度范围0~200°C,温度波动 $\pm 1^\circ\text{C}$)。

1.2 真空蒸馏提取技术原理

真空蒸馏法提取土壤水是土壤水蒸发分馏、速冻冷凝及液化再收集的过程。真空环境的要求是确保抽提所得土壤水样不受外界其他水体的影响。加热使土壤水汽化,在真空抽提和液氮冷凝下,气流流入冷凝装置被速冻为冰晶并保存,最后同样需在封闭条件下液化收集,从而得到未被污染且未发生同位素分馏的土壤水水样。该方法需严格控制样品加热温度,且对抽提装置真空度要求高,其抽提得到的土壤水不包含其他化学物质,因而有效地减少了对同位素测定的影响。

1.3 实验材料与主要试剂

塔里木河河水:于塔里木河采集河水样,密封保存于1000 mL塑料容器中;在河海大学水文水资源与水利工程科学国家重点实验室使用MAT 253型同位素质谱仪测得其稳定氢氧同位素比值,用于水体抽提实验和实验沙样湿度配制。

北方沙漠地表沙样:于鄂尔多斯盆地采集地表沙样。沙样运回实验室经105°C烘干后于干燥器中保存。取烘干沙样与已知同位素比值的塔里木河河水水样配制成一定含水率的若干份沙样,用于沙漠土壤水分抽提条件实验。

北方沙漠剖面沙样：于鄂尔多斯盆地选取典型风积沙丘钻取剖面沙样，每隔 25 cm 采集一个沙样，密封保存于 500 mL 塑料瓶中，共采集 16 个样品；沙样存放于实验室低温环境(5℃)，以防止土壤水蒸发。该样品用于检验新型抽提装置在实际应用中的效果。

昆仑 4 号真空封脂(中国石油玉门油田公司炼油化工总厂生产)：涂于各磨砂接口处，保持装置密封性，提高真空度，同时便于更换样品，提高操作性。

石油醚(分析纯，北京长海化工厂)：换样时用于清除磨砂接口处抽提装置上残留的真空封脂，并保证各接口处不会因真空封脂过多而堵塞。

液氮：提供低温冷凝条件。

1.4 土壤含水率与稳定同位素测定

土壤含水率测定：利用烘干法测定含水率，100 g 样品于烘箱中 105℃ 条件下烘 12 h 后准确称重测定。测量误差 < 1%。

稳定同位素测定：所有水样 δD、δ¹⁸O 值均使用 MAT 253 型同位素质谱仪测定。δD、δ¹⁸O 的测量精度分别 < 2‰ 和 < 0.1‰。测得的稳定同位素结果为与 Vienna“标准平均海洋水”(VSMOW) 的千分差：

$$\delta^{18}\text{O} \text{ 或 } \delta\text{D} = \frac{R_{\text{sample}} - R_{\text{smow}}}{R_{\text{smow}}} \times 1000\text{‰}$$

式中， R_{sample} 和 R_{smow} 分别为样品和 VSMOW 中 D/H、¹⁸O/¹⁶O 同位素比值。

2 结果与讨论

2.1 新型真空蒸馏抽提装置的研制

图 1 为改进后的新型土壤水真空蒸馏抽提装

置。该装置分为左右两个独立对称部分，中间连接真空泵及压力指示器，是由实验室两套原有装置优化组合而成。实验室原有装置的原理、结构及功能大体上与国外 20 世纪 80 年代末的装置相似^[11]。改进后的装置，其冷凝部分用冷却效果更好的液氮(于 -196℃ 恒温)，管内压强也有较大提高(工作时管内压强稳定在 5 Pa 左右)，单个样品提取时间缩短至 1 h。

实验室原有装置在抽提约 15 min 后其内部压强基本稳定，土壤样品中大部分水分可能已被抽提，其后的时间段真空泵抽提的作用是排出废气和稳定压强。但液氮冷凝使加热、冷凝装置之间产生压强差，同样会像真空泵那样将水蒸气“抽”到冷阱里。新装置可通过装置中调控阀门 III (IV) 的调节，实现两个样品的连续交替抽提。例如，首先在装置左半部分装好第一个待提取样品并准备好冷凝装置，打开阀门 II、III 开始样品抽提及水样收集。当装置内部被抽提至压强稳定(开始提取约 20 min 后，即下文确定的最短抽提时间 t_{min}) 后，继续保持液氮冷凝，但关闭阀门 III，停止对左半部分的真空泵抽提。同时，打开阀门 IV、V 开始基于右半部分装置对第 2 个待抽提样品进行抽提操作。再经过 20 min，左半部分装置经过真空泵间断抽提和液氮持续冷凝两个过程已完成对第 1 个样品的抽提，而右半部分正好进入单一液氮冷凝阶段，可以关闭阀门 IV，真空泵再次用于左半部分对第 3 个待提取样品的抽提。真空泵交互操作，实验依此循环进行。而且，调节阀门 III (IV)，可检测没有真空泵抽提的部分是否因废气等

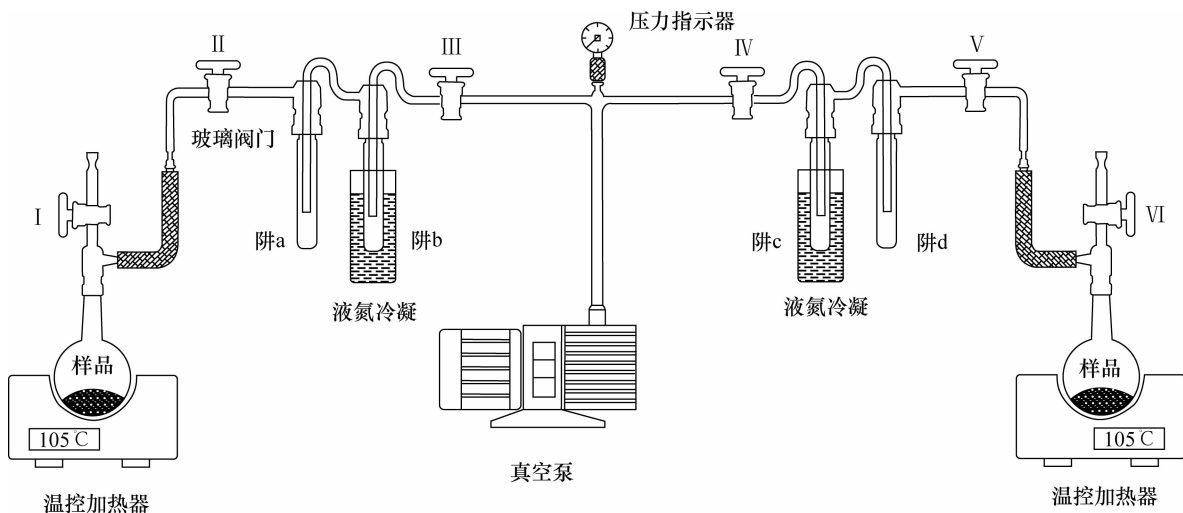


图 1 改进后的土壤水真空蒸馏抽提装置

Fig.1 An improved vacuum-distillation extraction apparatus for soil water

原因出现压强增大,如压强增大则通过阀门转换继续抽提以确保装置内部的高真空度。

采用新装置组合结构,真空泵在前半段时间稳压、排废,避免了真空泵在后半段抽提带来的缺点,实现样品的连续交替抽提。与原有装置相比,改进型装置工作效率提高了整整一倍,而且节省了一台真空泵和一支压力指示器,其制造成本有明显优势。

2.2 新型抽提装置的主要性能指标

抽提装置的性能指标主要包括管内压强、水分抽提回收率、加热温度及样品类型与用量。管内压强(即真空度)是装置是否适合抽提样品的关键。为此,设计了管内压强随抽提时间变化的实验。如图2所示,真空泵持续抽提,新装置管内压强在3 min时开始趋于稳定,其大体在0.5 Pa左右稳定。这一指标已达到甚至优于国际上一些典型装置的真空度。因此,该改进型新装置具有较高的真空性能,为抽提样品防止大气污染提供了有力保障。

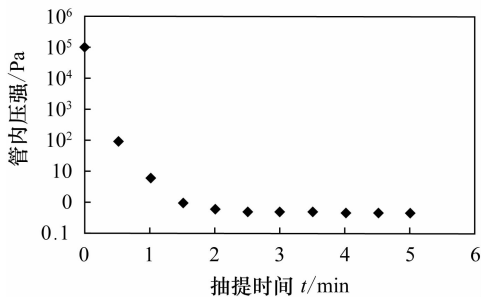


图2 改进型装置管内压强随抽提时间变化

Fig.2 The pressure of the improved apparatus changes with time

水分抽提回收率是反映装置能否完全抽提装载样品中的水分,以防止其同位素分馏的重要指标。由表1可知,在水体抽提过程中,装置管内压强基本上维持在0.5 Pa左右,其水分抽提回收率达到98.5%以上。其实,表1中所计算的水分抽提回收率可能比实际回收率偏低,这是因为收集水分时管内壁会沾住小部分水分,再考虑1%左右的误差,回收率接近100%。还可观察到,由于温度不同,样品抽提时间有明显差别,不过温度的变化与水分回收率关系不大。由于在解冻收集时的混合均匀,收集的水分并不因小部分水分的丢失而产生明显的同位素分馏^[12]。因此,高回收率也是新型装置水分抽提的另一显著特点。

另外,新装置配备有温控电炉。土壤水分抽提温度通常设置在105℃及以下。如果温度高于

110℃,那么,土壤矿物中诸如结晶水、结构水等其他赋存状态的水分就会释放出来^[13]。因此,研究者可根据自身科研目的自行设置不同的加热温度。新装置也配备有不同体积尺寸的装样器,小体积容量的装样器适合于湿度大的土壤样品,而大体积容量的装样器适合于湿度小的土壤样品。例如,当含水率非常低时($<0.5\%$),只有通过增加样品量来收集足够的水量来满足稳定同位素质谱仪的分析测试,这种情况下,可以使用500 mL或者1000 mL的大容量装样品。使用新装置对大容量瓶抽提实验发现,在没有装载样品的情况下抽提8 h后没有收集到一滴水分。因此,大容量装样瓶对实验并无影响。该改进型新装置还可以抽提植物、泥土和沙等不同类型的样品。针对不同的样品,更换不同的样品装载瓶,这在一定程度上反映了该装置的操作灵活性。本文,主要针对沙漠沙开展实验研究。

表1 水体抽提实验

Table 1 Extraction experiment of the water body

样品编号	装载水量 V/mL	可溶性固体含量 $\rho(\text{TDS})/(\text{mg} \cdot \text{L}^{-1})$	管内压强 p/Pa	温度 $\theta/^\circ\text{C}$	时间 t/min	收集水量 m/g	回收率 $R/\%$
R1	9	500	0.53	25	79	8.8606	98.5
R2	9	500	0.51	65	44	8.8997	98.9
R3	9	500	0.51	105	32	8.8675	98.6
R4	9	500	0.50	150	23	8.8761	98.7
R5	9	500	0.49	200	15	8.9037	99.0

2.3 新型装置的精度检验与参数优化

为了检验新装置的精确性和确定沙漠水分抽提的最短时间,设计了一组提取实验:取7份105℃下烘干的30 g沙漠沙,用已知氢氧同位素值的水样配成含水率为10%的沙样,把配置好的沙样放入新装置中进行水分抽提,抽提时间分别为4、8、12、16、20、25、30 min,抽提后的水样测定其 δD 及 $\delta^{18}\text{O}$ 。定义某一样品经抽提时间 t 后所得水样与初始水样的同位素值差值为 δN_t :

$$\delta\text{N}_t = \delta_t - \delta_{\text{初始水样}}$$

式中, δ_t 为某一样品经提取时间 t 后所得水样的同位素值; $\delta_{\text{初始水样}}$ 为初始加入水样的同位素值。

如图3所示, δN_t 值和水分回收率随时间逐渐增大,在 $t=20$ 时它们分别趋于0和100%,随后分别稳定于0和100%附近。已有研究显示在提取98%以上的水分后残留在样品中不到2%的土壤水至少需要2~3 h才能完全提取^[14-15]。Araguas -

Araguas 等^[12]研究进一步表明,就沙质土壤而言,98%的提取量就能得到没有同位素分馏的水样。因此,对于中国北方沙漠沙,105℃真空蒸馏抽提土壤水的最短时间只需要 20 min,这比 West 等^[16]的结果还要缩短 10 min。当然,对于不同类型的土壤,由于组成、性质与结构不同,其水分的最短抽提时间也截然不同^[14-17]。

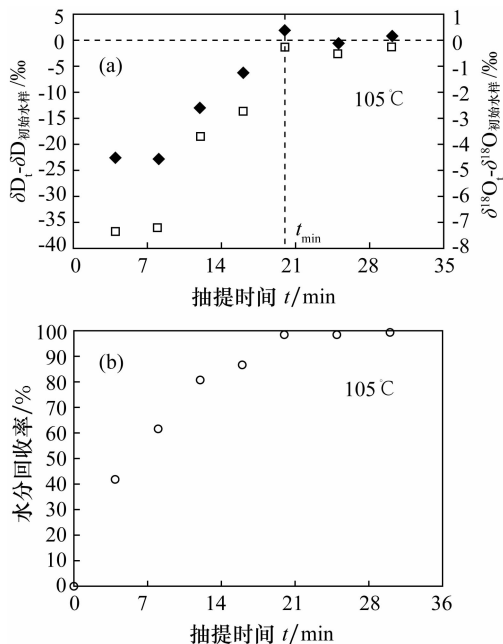


图3 沙漠水分提取时间曲线

Fig.3 Extraction timing curves for desert soil water

◆— $\delta^{18}O$; □— δD ; ○—水分回收率。

水平虚线代表同位素平衡状态; 竖直虚线代表提取最短时间 t_{min} 。

另外,由表2可知,当 $t \geq t_{\text{min}}$ 时, δD 和 $\delta^{18}O$ 的最大变化幅度分别为 1.34‰和 0.51‰,且两者的标准偏差均小于 1‰。因此,该改进型新装置达到了稳定同位素分析所需的精度。

3 国内外真空蒸馏提取装置的对比

近年来,国内外真空蒸馏提取装置有了一定的进步。国内方面,实验室原有装置被较多使用;国外则以 West 等^[16]、Vendramini 等^[18]及 Orłowski^[19]相继提出的装置为代表(图4)。现将它们与本文改进型装置的各项性能指标作较系统的对比(表3)。由表3可知,对于各组装置而言,液氮冷凝由于能提供较低的温度而被普遍作为冷却方式;至于加热方式,新装置的温控设备更能保证加热温度的稳定性。整个提取过程中,真空泵是否持续抽提是各组装置的

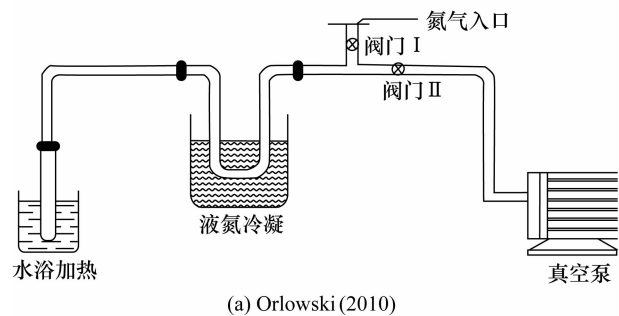
表2 $t \geq t_{\text{min}}$ 时新装置所提取的土壤水样与已知水样的氢氧同位素组成差值及其变化幅度

Table 2 The δD and $\delta^{18}O$ differences between extracted samples and known samples by using the improved equipment, their maximum ranges for t_{min} and longer

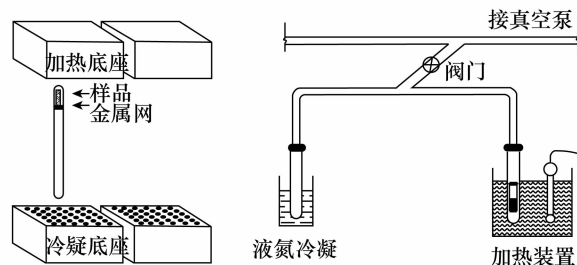
样品与范围	t/min	$\delta D_t - \delta D_{\text{初始水样}} / \text{‰}$	$\delta^{18}O_t - \delta^{18}O_{\text{初始水样}} / \text{‰}$
	20	-1.39	0.39
中国北方沙漠沙样	25	-2.63	-0.12
	30	-1.29	0.16
$\delta(\geq t_{\text{min}})$ 的变化幅度		1.34	0.51
$\delta(\geq t_{\text{min}})$ 的标准偏差		0.75	0.26

最大区别所在。表3中第2、3个(从左往右,下同)装置因真空泵持续抽提而带走已收集的水样,影响测量精度。第4、5个装置又因省略真空泵的抽提而导致内部压强较大,影响抽提效果。新装置则避开以上两类装置的缺点,并有效结合各自优点,达到更好提取效果。

与实验室原有装置相比,新装置工作时真空度由 5 Pa 提高到 0.5 Pa,具有高的回收率(接近 100%)。同时,新装置增加阀门 II (V)用于调节抽提气流的速度,防止刚抽提早期阶段产生的大量水蒸汽由于未及时凝结被直接抽走(图1),保证样品收集完全。而且,新装置的抽提时间也大大缩短,显著提高工作效率。与国外典型装置相比,新装置主



(a) Orłowski (2010)



(b) Vendramini 等(2007)

(c) West 等(2006)

图4 国外常用的典型装置原理示意图

Fig.4 Schematics of typical extraction devices in foreign countries

表3 本文新型装置与常用代表装置性能对比

Table 3 Comparison of performance between new device and typical extraction devices

比较项目	本文新装置	实验室原装置	Orlowski(2010) ^[19]	Vendramini等(2007) ^[18]	West等(2006) ^[16]
装置类型	组合线型	单一线型	线型并联	Batch(批次并联)	线型并联
提取原理	真空泵抽提+液氮冷凝	真空泵抽提+液氮冷凝	真空泵抽提+液氮冷凝	冷凝产生的压强差	冷凝产生的压强差
真空度/Pa	0.5	约为5	0.3	约为10	7.91
水分抽提回收率/%	>98.5	>98	>98	>98	>98
提取时间/min	20(沙样)	60(沙样)	120(沙样)	360(沙样)	≥30(沙样)
样品类型	沙漠沙样	土样	土样、植物样	植物样	土样、植物样
样品装载量	600 g 以内	300 g 以内	少量	少量	少量
水分收集最大容量/mL	15	10	10	5	5
样品加热方式	温控电热套加热	水浴加热	水浴加热	铝制底座加热	水浴加热
加热温度/℃	105	100	100	100	100
水样收集方式	液氮冷凝	液氮冷凝	液氮冷凝	特制底座冷凝	液氮冷凝
冷却温度/℃	-196	-196	-196	-25	-196
装置造价	约2万元	约5万元	约10万元	约15万元	约10万元

体由玻璃管路组成,造价大幅降低,同时,在对含水率低的沙漠土壤水提取上优势明显(真空度高、提取时间短,样品允许量及可收集水样量大)。另外,新装置各接口处没有使用合金连接头,而改用磨砂并涂真空封脂的处理方式保持密封性,这样换样方便,可操作性强。而且,整个装置安装在一个可移动实验平台上,有更好的便携性。因此,较现有各装置而言,新装置在各主要性能均有明显提高。

4 新型装置在同位素水文研究中的应用

利用新装置对鄂尔多斯盆地东南部河南乡风积沙丘剖面样品进行土壤水的抽提,并对其进行氢氧同位素的测定,以研究该地区土壤水分的运移情况(图5)。在同一地点,分别钻取一次降雨事件(雨量10 mm左右)前后的剖面样品,两次采样时间间隔为12 h。

干旱-半干旱的沙漠地区由于降雨少、蒸发大其土壤含水率通常较低。水平衡等传统方法在研究该类地区土壤水分运移机理上可能存在有较大的误差,而环境同位素示踪法由于同位素特殊的地球化学行为则有明显的优势^[20-23]。如图5所示,沙丘剖面2 m处以上层位中雨后土壤水分同位素组成(δD 与 $\delta^{18}O$)明显负于雨前。此次降雨及降雨后形成的地表径流 δD 、 $\delta^{18}O$ 值分别为 $-81.4‰$ 、 $-10.25‰$ 和 $-81.0‰$ 、 $-10.66‰$,明显小于沙丘剖面水分同位素值。沙丘剖面2 m处以上层位中水分同位素组成在降雨前后的较大差别完全由此次降雨所致。在2 m处以下层位中降雨前后剖面水分同位素值差别较小,这表明此次降雨入渗似乎还未到达沙丘剖面2 m处以下层位。由此可知,在采样时间间隔为12 h内,降雨入渗深度为2 m。通过计算,降雨入渗的平均速率约为16.2 cm/h,这表明鄂尔多斯地区当地降雨通过沙丘补给地下水有较高的入渗速率。这一结果进一步支持了

大气降雨为该地区地下水主要补给源的观点^[24-25]。

可见,新装置对低含水率沙漠样品土壤水分精确高效的提取,为土壤水分运移机理的深入研究提供保障,因而有较高的实际利用价值。

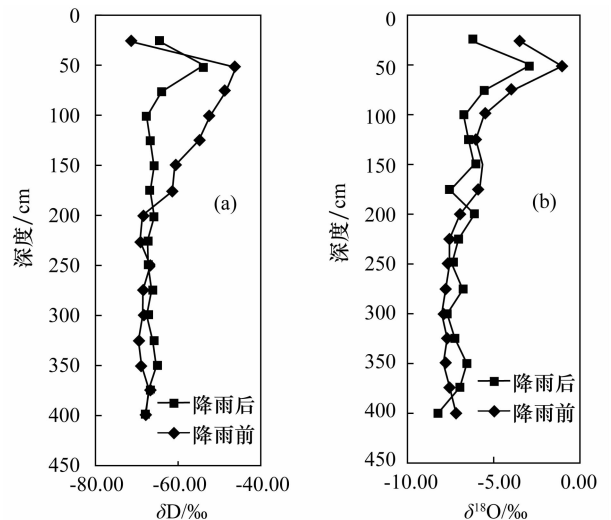


图5 降雨前后剖面土壤氢氧同位素值随深度变化曲线

Fig. 5 Vertical δD and $\delta^{18}O$ profiles before and after a precipitation

5 结语

改进型沙漠土壤水分真空抽提装置工作时的真空度高(0.5 Pa)且稳定,通过引入调控阀门有效结合了真空泵抽提与液氮冷凝两种土壤水分收集模式,使其样品抽提效率较原有装置提高将近一倍。与国外典型装置相比,新装置样品装载量和水分收集最大容量明显提高,适合不同湿度类型的样品抽提且水分抽提回收率高,同时还具有造价低廉、操作灵活及易维护等特点。条件实验中相应水分同位素 δ 值的标准

偏差 < 1‰, 表明新装置达到同位素测试要求。

新型抽提装置对低含水率样品土壤水的有效提取, 在干旱-半干旱地区同位素水文研究中有着较高的应用价值。为了进一步提高工作效率, 考虑多组子单元并联的方式同时抽提是今后装置结构改进的方向。同时, 需要加强对其他类型样品(如植物根、茎等)水分提取方案的探讨, 完善新装置可抽提样品的类型, 以提高新装置应用的广泛性。

6 参考文献

- [1] 朱震达, 吴正, 刘恕. 中国沙漠概论[M]. 北京: 科学出版社, 1980: 1-107.
- [2] 张志才, 陈喜. 土壤水运移的数值模拟研究[J]. 工程勘察, 2007(8): 27-31.
- [3] Gazis C, Feng X. A stable isotope study of soil water: Evidence for mixing and preferential flow paths [J]. *Geoderma*, 2004, 119: 97-111.
- [4] Walker G R, Woods P H, Allison G B. Interlaboratory comparison of methods to determine the stable isotope composition of soil water [J]. *Chemical Geology*, 1994, 111: 297-306.
- [5] White J W C, Cook E R, Lawrence J R, Broecker W S. The D/H Ratios of sap in trees: Implications for water sources and tree ring D/H ratios [J]. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 1985, 49: 237-246.
- [6] Revesz K, Woods P H. A method to extract soil water for isotopic analysis [J]. *Journal of Hydrology*, 1990, 115: 397-406.
- [7] Whelan B R, Barrow N J. A study of a method for displacing soil solution by centrifuging with an immiscible liquid [J]. *Journal of Environmental Quality*, 1980, 19: 315-319.
- [8] Turner J V, Gailitis V. Single-step method for hydrogen isotope ratio measurement of water in porous media [J]. *Analytical Chemistry*, 1988, 60(11): 1244-1246.
- [9] Wershaw R L, Friedman I, Heller S J, Frank P A. Hydrogen isotope fractionation of water passing through tree [J]. *Advances in Organic Geochemistry*, 1970, 32: 55-67.
- [10] 王涛, 包为民, 陈翔, 施征, 胡海英, 瞿思敏. 真空蒸馏技术提取土壤水实验研究[J]. 河海大学学报: 自然科学版, 2009, 37(6): 660-664.
- [11] Dalton F N. Plant root water extraction studies using stable isotopes [J]. *Plant and Soil*, 1988, 111: 217-221.
- [12] Araguas-Araguas L, Rozanski K, Gonfiantini R, Louvat D. Isotope effects accompanying vacuum extraction of soil water for stable isotope analyses [J]. *Journal of Hydrology*, 1995, 168: 159-171.
- [13] Playà E, Recio C, Mitchell J. Extraction of gypsum hydration water for oxygen isotopic analysis by the guanidine hydrochloride reaction method [J]. *Chemical Geology*, 2005, 217: 89-96.
- [14] Ingraham N L, Shadel C. A comparison of the toluene distillation and vacuum/heat methods for extracting soil water for stable isotopic analysis [J]. *Journal of Hydrology*, 1992, 140: 371-387.
- [15] Dawson T E, Ehleringer J R. Isotopic enrichment of water in the woody tissues of plants: Implications for plant water source, water uptake, and other studies which use stable isotopes [J]. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 1993, 57: 3487-3492.
- [16] West A G, Patrickson S J, Ehleringer J R. Water extraction times for plant and soil materials used in stable isotope analysis [J]. *Rapid Communications in Mass Spectrometry*, 2006, 20: 1317-1321.
- [17] Peters L I, Yakir D. A direct and rapid leaf water extraction method for isotopic analysis [J]. *Rapid Communications in Mass Spectrometry*, 2008, 22: 2929-2936.
- [18] Vendramini P F, Sternberg L S L. A faster plant stem-water extraction method [J]. *Rapid Communications in Mass Spectrometry*, 2007, 21: 164-168.
- [19] Orłowski N. Construction and specification of a cryogenic vacuum extraction device for application in stable water isotope analysis [D]. Giessen: University of Giessen, 2010.
- [20] Shurbaji A R, Campbell A R. Study of evaporation and recharge in desert soil using environmental tracers, New Mexico, USA [J]. *Environmental Geology*, 1997, 29(3/4): 147-151.
- [21] Subyani A M. Use of chloride-mass balance and environmental isotopes for evaluation of groundwater recharge in the alluvial aquifer, Wadi Tharad, western Saudi Arabia [J]. *Environmental Geology*, 2004, 46(6): 741-749.
- [22] Newman B D, Campbell A R, Wilcox B P. Tracer-based studies of soil water movement in semi-arid forests of New Mexico [J]. *Journal of Hydrology*, 1997, 196: 251-270.
- [23] Wood W W, Sanford W E. Chemical and isotopic methods for quantifying ground water recharge in a regional, semiarid environment [J]. *Ground Water*, 1995, 33(3): 458-468.
- [24] Deng L, Wang W, Hu A Y. Estimation of groundwater recharge by chloride mass balance (CMB) method in a typical semiarid climate of China [J]. *Water Resource and Environmental Protection*, 2011, 1: 400-403.
- [25] Yin L H, Hou G C, Tao Z P, Li Y. Origin and recharge estimates of groundwater in the Ordos Plateau, People's Republic of China [J]. *Environmental Earth Sciences*, 2010, 60(8): 1731-1738.