

**F-HZ-DZ-TR-0083**

**土壤—粘粒的提取—虹吸管法**

1 范围

本方法适用于土壤粘粒矿质全量元素分析中土壤粘粒(<0.002mm)的提取。

2 原理

以司笃克斯定律为基础,利用土粒在静水中沉降规律,将小于 0.002mm 粘粒部分收集,用于化学成分分析或矿物组成鉴定。风干土样除去有机质和碳酸盐后,用分散剂使成悬浮液,按司笃克斯定律计算粘粒(粒径小于 0.002mm)的沉降时间,用虹吸管反复吸取粘粒部分,经 105℃烘干即成。如作粘土矿物鉴定,为了不破坏晶体结构,烘干温度宜在 50℃。

3 试剂

3.1 过氧化氢溶液: 1+4, 取 20mL 过氧化氢, 加入 80mL 水。

3.2 盐酸溶液, 1+9。

3.3 碳酸钠溶液: 20g/L, 称取 20g 无水碳酸钠溶于水, 再加水稀释至 1000mL。

3.4 盐酸溶液: 0.2mol/L, 量取 25mL 盐酸( $\rho$ 1.19g/mL), 用水稀释至 1500mL。

3.5 盐酸溶液: 0.05mol/L, 量取 6.25mL 盐酸( $\rho$ 1.19g/mL), 用水稀释至 1500mL。

3.6 乙醇或异戊醇。

3.7 氢氧化铵, 1+4。

3.8 乙酸, 1+9。

3.9 草酸铵溶液: 40g/L, 称取 40g 草酸铵溶于水, 再加水稀释至 1000mL。

3.10 硝酸银溶液: 0.1mol/L, 称取 1.7g 硝酸银溶于 100mL 水中。

4 仪器

4.1 高型烧杯, 1000mL, 400mL。

4.2 小铜筛, 孔径 0.25mm, 0.149mm。

4.3 有柄瓷蒸发皿, 500mL。

4.4 虹吸弯管。

4.5 试剂瓶, 5000mL。

4.6 真空泵。

5 操作步骤

5.1 称取通过 2mm 筛孔的风干土样 50g~100g 置于 400mL 高型烧杯中, 加少量水润湿, 滴加过氧化氢溶液(其用量视有机质含量而定), 小心用带橡皮头的玻璃棒搅拌, 使有机质充分氧化。如氧化强烈发生大量气泡, 应立即滴加乙醇或异戊醇消除泡沫, 以免损失粘粒。然后继续滴加过氧化氢溶液氧化, 直至有机质完全除去为止。残留的过氧化氢要加热煮沸除去。

5.2 如土样中含有碳酸盐, 可先滴加 0.2mol/L 盐酸溶液处理。为避免烧杯中盐酸浓度降低, 处理时要不断倾去上部清液, 然后继续滴加 0.2mol/L 盐酸溶液直至无气泡发生。再继续用 0.05mol/L 盐酸溶液洗至无钙离子反应, 每次用少量 0.05mol/L 盐酸溶液加至烧杯中, 搅动静置后将上部清液倾入装有慢速滤纸的漏斗中(用小试管收集少量滤液, 滴加氢氧化铵(1+4)中和, 再加乙酸(1+9)酸化, 然后加几滴草酸铵溶液, 稍加热, 如无白色草酸钙沉淀, 表示已无钙离子)。将全部无钙离子的土样倒入漏斗滤纸中, 用水洗涤至无氯离子(用 0.1mol/L 硝酸银溶液检查)。

5.3 将无氯离子的土样用水冲洗至有柄瓷蒸发皿中, 加入 50mL 碳酸钠溶液, 加热煮沸 15min 使土粒分散。冷却后将土液通过 0.25mm 小铜筛, 用水洗入 1000mL 高型烧杯中。然后在烧杯外壁距烧杯底 5cm 和 15cm 处各划一条线, 加水定容至液面上升达 15cm 处。

5.4 用带橡皮头玻璃棒搅拌悬浮液 1min~2min, 使 1000mL 高型烧杯中的悬浮液均匀分布,

在停止搅拌前再向相反方向搅拌数次，以减少悬浮液继续旋转。搅拌一停止，此即沉降开始时间，记录该时间并盖上表面皿。在每次沉降过程中，均需记录悬浮液温度 3 次以上，取其平均值，根据表 1 确定吸取粘粒的时间。

表 1 土壤粘粒(<0.002mm)提取静置时间

取样深度 cm	温度 ℃	静置时间			取样深度 cm	温度 ℃	静置时间		
		h	min	s			h	min	s
10	4	12	6	4	10	18	8	8	52
10	5	11	43	49	10	19	7	56	51
10	6	11	22	30	10	20	7	45	9
10	7	11	1	39	10	21	7	34	2
10	8	10	42	12	10	22	7	23	16
10	9	10	23	40	10	23	7	13	5
10	10	10	6	3	10	24	7	2	47
10	11	9	48	47	10	25	6	53	24
10	12	9	32	31	10	26	6	44	2
10	13	9	17	15	10	27	6	35	9
10	14	9	2	26	10	28	6	26	30
10	15	8	47	55	10	29	6	18	3
10	16	8	34	29	10	30	6	10	13
10	17	8	21	31	10				

5.5 在规定吸取时间前 30s 将虹吸弯管轻轻插入 1000mL 高型烧杯中，用真空泵(或水抽气泵)抽气吸取悬浮液至 5000mL 试剂瓶中(粘粒提取装置见图 1)。

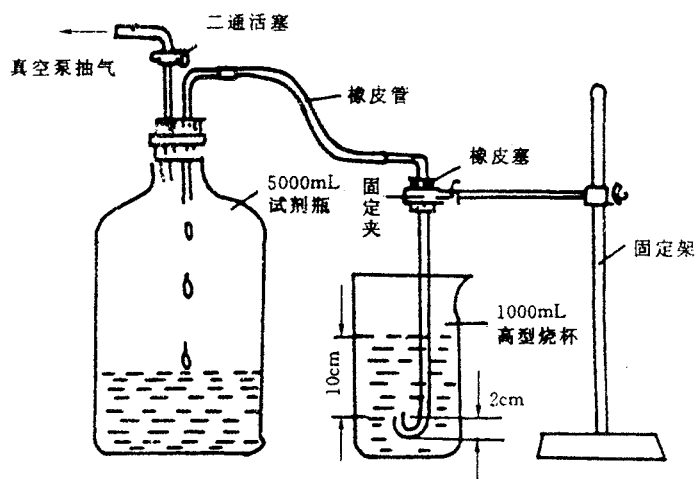


图 1 粘粒提取装置

再向 1000mL 高型烧杯中加入碳酸钠溶液，调节悬浮液 pH 至 8~9，再加水使液面仍到 15cm 处，然后按上法反复进行分散、定容、搅拌、沉降和吸取粘粒等操作，直至在规定吸取时间，自液面下 10cm 高度内的悬浮液几乎全部澄清为止。

5.6 向盛有吸出的悬浮液的试剂瓶中滴加盐酸溶液(1+9)，边加边搅拌直至分散的胶体悬浮液出现絮凝为止。澄清后将上部清液吸出弃去，将下部絮凝物移至 400mL 高型烧杯中，用水洗至无氯离子(用 0.1mol/L 硝酸银溶液检查)。然后将已除去氯离子的粘粒置于水浴上蒸干，再在 105℃ 烘箱中烘干后，研磨过 0.149mm 小铜筛，装瓶待用。如要进行矿物晶体结构研究和矿物组成鉴定，则必须在 50℃ 烘干后研磨过筛，再装瓶待用。

注 1: 土壤悬浮液的密度应小于 30g/L，以保证土粒自由沉降。

注 2: 土样分散时, 悬浮液 pH 应在 8~9 范围内, pH 过低则分散不易完全, pH 过高又会影响胶体性质。

注 3: 沉降过程应在恒温或温度变化较小的条件下进行, 以避免紊流。

注 4: 在吸取悬浮液时, 吸管不能插入烧杯沉积土粒中, 也不可搅动下部悬浮液, 防止粒径大于 0.002mm 的土粒混入胶体悬浮液被一起吸出。

注 5: 土壤胶体悬浮液澄清后的絮凝物, 必须洗净电解质后才能烘干。

## 6 参考文献

[1] LY/T1252-1999. 森林土壤粘粒的提取.

[2] 孙鸿烈, 刘光崧. 土壤理化分析与剖面描述. 北京: 中国标准出版社. 1996, 50.