

F-HZ-DZ-TR-0085

土壤—矿质全量元素(硅)的测定—动物胶凝聚质量法

1 范围

本方法适用于土壤与其粘粒矿质全量元素(硅)的测定。

2 原理

土壤矿质全量元素分析有助于了解土壤中的原生矿物和次生矿物的化学组成以及这些元素迁移和变化规律,以确定土壤的风化程度和化学特性,为土壤发生、发展、分类和土壤肥力的研究提供重要依据。在分析土体的矿质全量时,有时还需要分析土壤胶体部分(粘粒)的化学成分和矿物组成,这时就要进行土壤粘粒($<0.002\text{mm}$)的提取,对提取物(粘粒)作矿质全量元素分析。土壤与其粘粒矿质全量元素分析包括硅、铁、铝、钛、锰、钙、镁、磷、钾、钠、硫、烧失量等项目。

土样以碳酸钠熔融分解,土壤中的矿质元素均成为可溶性盐类,硅则成为可溶状态的硅酸钠,再用盐酸提取,使各种矿质元素成为氯化物盐类而提取到溶液中,溶液可作系统分析硅、铁、铝、钛、锰、钙、镁、磷等的待测液用。硅的测定可采用动物胶凝聚质量法,取待测溶液,加热蒸发至湿盐状,在浓盐酸介质中加入动物胶凝聚硅酸,使硅酸脱水成二氧化硅沉淀,然后过滤、灼烧、称量得硅量。滤液作铁、铝、钛、锰、钙、镁、磷的测定用。

3 试剂

3.1 无水碳酸钠。

3.2 盐酸溶液, 1+1。

3.3 盐酸($\rho 1.19\text{g/mL}$)。

3.4 动物胶溶液:称取 1g 动物胶,溶于 70°C 的 100mL 水中(现用现配)。

3.5 盐酸溶液, 1+20。

3.6 硫氰化钾溶液:称取 20g 硫氰化钾,溶于 100mL 水中。

4 仪器

4.1 烧杯, 250mL。

4.2 容量瓶, 250mL。

5 试样制备

风干粉末土样,粒度小于 $149\mu\text{m}$;在称样测定矿质全量元素硅等项目时,另称取一份试样测定吸附水,最后换算成烘干样计算各项目的结果。

6 操作步骤

6.1 称取通过 0.149mm 筛孔的风干土样 0.5000g (精确至 0.0001g)置于铺有少许无水碳酸钠的铂坩埚中,加入 4g 无水碳酸钠,以细小圆头玻璃棒小心搅拌充分混合,并用小定量滤纸角擦净玻璃棒放入坩埚中,再用少量无水碳酸钠平铺表面,加盖。将铂坩埚放入预热至 800°C 的高温炉中,升温至 $950^{\circ}\text{C}\sim 1000^{\circ}\text{C}$ 熔融 30min 。将坩埚取出,冷却。同时做空白试验。

6.2 将坩埚置于 250mL 烧杯中,加入 40mL 盐酸溶液(1+1),盖上表面皿,放置。待熔块脱离坩埚后,用水洗净坩埚,并用带橡皮头玻璃棒擦净坩埚壁。将烧杯置于水浴上蒸发至湿盐状,蒸发过程中要经常搅拌溶液,使盐类呈粉糊状而不呈晶状析出。

6.3 加入 20mL 盐酸($\rho 1.19\text{g/mL}$),搅拌均匀使湿盐都浸入盐酸中。将烧杯置于 70°C 水浴中保温,然后沿烧杯壁加入 10mL 动物胶溶液,在 70°C 温度下不断搅拌 10min 凝聚硅。

6.4 将烧杯取出,用少量热水洗涤烧杯壁,趁热以中速定量滤纸过滤,以温热的盐酸溶液(1+20)洗涤烧杯和沉淀,并用带橡皮头玻璃棒擦净烧杯,最后用热水洗涤几次直至无铁离子反应为止(以硫氰化钾溶液检查,如无红色表示无铁离子)。滤液用 250mL 容量瓶承接,加水稀释至刻度,摇匀,作铁、铝、钛、锰、钙、镁、磷等系统分析的待测液。

6.5 将沉淀连同滤纸放入已恒量的铂坩埚中，低温灰化后，在 1000℃灼烧 30min。取出，放入干燥器中冷却，称量。再灼烧、称量直至恒量，得硅量。

注 1：有机质和还原物质含量较高的土样必须预先在 600℃~700℃灼烧氧化，否则对铂坩埚有影响。

注 2：在用盐酸提取熔块前，应先滴加几滴乙醇还原高价锰，防止盐酸被氧化成氯气损害铂坩埚。

注 3：在水浴蒸发时，切勿蒸干，否则会形成不溶性的铁、铝、锰的碱性盐，使硅量偏高。如发生此情况，可加酸处理。

注 4：动物胶溶液要在 70℃时新鲜配制，因在 70℃时动物胶活动力最强，高于 80℃或低于 60℃均会降低其活动能力。

注 5：动物胶凝聚硅酸的条件与盐酸酸度、温度和动物胶的用量有关。盐酸酸度在 8mol/L 以上，温度控制在 70℃左右为宜，如低于 60℃或高于 80℃时，均不能使硅酸凝聚完全。

7 结果计算

土壤矿质全量元素(硅)量按(1)式或(2)式计算：

$$w_{\text{SiO}_2} (\text{g/kg}) = \frac{m_2 - m_1 - m_0}{m \times K} \times 1000 \dots\dots(1)$$

$$w_{\text{Si}} (\text{g/kg}) = w_{\text{SiO}_2} (\text{g/kg}) \times 0.4674 \dots\dots(2)$$

式中：

m_2 ——灼烧后铂坩埚加沉淀质量，g；

m_1 ——空铂坩埚质量，g；

m_0 ——空白试验质量，g；

m ——风干土样质量，g；

K ——风干土样换算成烘干土样的水分换算系数；

0.4674——二氧化硅换算成硅的系数。

8 允许差

试样进行两份平行测定，取其算术平均值，取两位小数(大于 5g/kg 取一位小数)。两份平行测定结果允许差按表 1 规定。

表 1 土壤及粘粒矿质全量元素(硅)测定允许差

| 硅量(g/kg) | 允许差(g/kg) |
|----------|-----------|
| >500 | >2.5 |
| 50~500 | 1~2.5 |
| 5~50 | 0.1~1 |
| 2~5 | 0.080. 1 |
| <2 | <0.08 |

9 参考文献

- [1] LY/T1253-1999. 森林土壤矿质全量元素(硅、铁、铝、钛、锰、钙、镁、磷、烧失量)的测定。
- [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.
- [3] 鲁如坤. 土壤农业化学分析方法. 北京：中国农业科技出版社. 1999，47.