

土壤调查实验室分析方法

SOIL SURVEY LABORATORY METHODS

张甘霖 龚子同 主编



YZL10890122046



科学出版社

土壤调查实验室分析方法

SOIL SURVEY LABORATORY METHODS

张甘霖 龚子同 主编



YZLI0890122046

科学出版社

北京

内 容 简 介

本书是一本服务于土壤调查的实验室分析方法工具书。全书共分 15 章,包括土壤样品的采集和制备、土壤物理性质分析、有机物质的分析、全量组成和各种化学性质的测定,以及强酸消化元素、土壤氧化物、原生和黏土矿物鉴定、土壤微形态薄片制备和鉴定等多用于土壤发生和分类研究的方法。此外,还对野外土壤鉴定和原位测定所常用的田间速测方法进行了介绍。

本书侧重于相对稳定的基本土壤性质测定方法,主要适用于土壤学教学和土壤调查、分类、制图、评价等基础和应用研究,也适用于土壤环境和生态等学科的需求。

本书在采用成熟的土壤常量元素经典分析方法的基础上,增加了一些快速和稳定的仪器分析方法,并对每种分析方法进行了精度评价。

图书在版编目(CIP)数据

土壤调查实验室分析方法/张甘霖,龚子同主编. —北京:科学出版社, 2012

ISBN 978-7-03-032979-0

I. ①土… II. ①张…②龚… III. ①土壤调查-分析方法 IV. ①S159-3

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2011)第 253696 号

责任编辑:胡 凯 周 丹 刘燕春/责任校对:钟 洋

责任印制:赵 博/封面设计:王 浩

科学出版社出版

北京东黄城根北街 16 号

邮政编码: 100717

<http://www.sciencep.com>

北京通州皇家印刷厂印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2012 年 1 月第 一 版 开本: B5(720×1000)

2012 年 1 月第一次印刷 印张: 16 1/2

字数: 312 000

定价: 59.00 元

(如有印装质量问题,我社负责调换)

《土壤调查实验室分析方法》编委会

主 编 张甘霖 龚子同

副主编 杨金玲 陈志诚

编 委 (按姓氏笔画为序)

王伏雄	过兴度	李德成	杨德涌
张 民	张连弟	罗家贤	郑莲芬
赵文君	赵玉国	教剑英	黄 钺
曹升赓	蒋梅茵		

前 言

要获得土壤资源信息,可靠的野外调查和正确的实验室分析是重要的前提。土壤工作者对实验室分析方法的研究和应用是非常关注的,因为只有在相对标准化的方法和程序基础上,获得的数据才有可比性,相关的土壤解译才有意义,无论这些解译是为了土壤类型的最后判定,还是肥力评价或者其他管理措施。国际上,像美国农部土壤调查中心编辑出版的《Soil Survey Laboratory Methods Manual》享有较高的声誉,应用非常广泛;在国内,早期的《土壤理化分析》和新近出版的《土壤农业化学分析》等都是土壤分析实验室不可或缺的工具书。但是,服务于土壤分类和土壤鉴定目的的专门土壤分析方法在国内尚不多见,常规的土壤理化分析方法通常都偏重于不同的应用侧面,对辨识土壤本身所需用的分析方法则较缺乏介绍。

现代土壤分类,包括中国土壤系统分类,都是以诊断层和诊断特性为基础的定量的土壤分类。《中国土壤系统分类》的出版标志着我国土壤分类向标准化方向发展迈出了重要一步。诊断层和诊断特性是以大量物理、化学数据和其他实验室分析、鉴定结果为依据的,基于中国土壤系统分类的基层分类研究,包括土族和土系的建立,同样涉及定量分类指标的应用。但到目前为止,现有的方法并不完全统一,分析鉴定项目也并不能完全满足土壤分类的需要,这样所得结果就难以比较,也难以应用于诊断层和诊断特性之中。在土壤调查、土壤分类和制图过程中,应用规范的实验室分析方法无疑是获得正确结果的前提。因此,统一的实验室分析方法是必不可少的。

本书中分析项目的确定是以用于鉴别土壤类型的诊断层和诊断特性需要为根据,兼顾在野外可以快速实施的田间测定。在选择具体测定方法时,尽量采用国内已经普遍使用的方法,同一分析项目列了几种测定方法,可以根据土壤性质及实验室设备条件分别选用。同时,为了便于我国土壤系统分类的国际交流,采用了与国际上土壤分类相应可以对比的测定方法,例如,颗粒组成测定中粒级划分、有效阳离子交换量、铝饱和度、水溶盐总量(电导法)、碱化度、焦磷酸钠浸提性铁、铝、碳的测定等。另外,还介绍了一些必要的新项目及其测定方法,例如,细黏粒、水可分散黏粒、水分吸持差、线性膨胀系数、强酸消化元素组成、纤维物质、焦磷酸盐浸提液颜色等的测定等,以及应用激光粒度仪测定土壤颗粒组成的方法,以供试用。

本书共 15 章,主要包括土壤的物理性质、化学性质和矿物鉴定等,特别是针对一些能够反映土壤发生和发育特点的相对稳定的基本性质测定方法进行了比较系

统的介绍,如土壤三酸消化组成和土壤矿物。主要适用于土壤学教学和土壤调查、土壤评价等基础和应用研究,也可适用于土壤环境和生态等学科的需求。本书在采用成熟的土壤常量元素经典分析的基础上,适当增加了一些快速和稳定的仪器分析方法,并对每种分析方法进行了精度评价。

本书初稿的形成在中国土壤系统分类高级单元研究阶段,已经有较长的时间了。初稿第一章由陈志诚、王伏雄、宋瑞玲编写,第二章由王伏雄、宋瑞玲、杨艳生、陈志诚、张民编写,第三章由黄钺、张连弟编写,第四章由教剑英、过兴度、陈志诚、赵文君编写,第五章由教剑英编写,第六章由陈志诚、教剑英编写,第七章由黄钺、过兴度编写,第八章由张连弟、郑莲芬编写,第九章由郑莲芬编写,第十章由过兴度、黄钺编写,第十一章由赵文君编写,第十二章由过兴度编写,第十三章由过兴度编写,第十四章由罗家贤、杨德涌、蒋梅茵编写,第十五章由曹升赓编写。初稿完成后在国内不同实验室已经有不少应用,这次重新对方法进行修订和校对,由张甘霖、黄钺、杨金玲补充了一些新的测定方法,使整个方法体系更为完整。在编辑过程中,杨金玲、黄钺、张连弟等对全书进行了校阅。在此对他们付出的辛勤劳动表示感谢!希望使用者在应用过程中对可能存在的错误和疏漏提出批评指正,以便今后进一步加以补充、修改和完善。

本书的出版得到科技部“我国土系调查与《中国土系志》编制”(2008FY110600)基础性工作专项的资助。

张甘霖 龚子同

2011年10月

目 录

前言

第一章 土壤样品的采集和制备	1
1.1 土壤样品的采集	1
1.2 土壤样品的制备	2
1.3 黏粒($<0.002\text{mm}$)样品的制备	5
主要参考文献	7
第二章 土壤物理分析	8
2.1 颗粒组成的测定	8
2.2 水可分散黏粒($<0.002\text{mm}$)含量的测定	19
2.3 细黏粒($<0.0002\text{mm}$)含量的测定	20
2.4 岩屑部分($>2\text{mm}$)含量的测定	22
2.5 土壤自然含水量的测定	23
2.6 容重的测定	25
2.7 自然土块 $1/3 \times 10^5 \text{ Pa}$ 或 $1/10 \times 10^5 \text{ Pa}$ 水分	30
2.8 土壤水特征曲线测定	31
2.9 凋萎含水量的测定	33
2.10 水分吸持差(WRD)的计算	35
2.11 饱和含水量的测定	35
2.12 线性膨胀系数(COLE)的计算	36
主要参考文献	37
第三章 土壤 pH、碳酸盐和石膏的测定	38
3.1 pH 的测定(电位法)	38
3.2 碳酸钙相当物的测定	40
3.3 石膏的测定(乙醇洗盐、盐酸提取—EDTA 间接滴定法)	44
主要参考文献	46
第四章 土壤有机物质的分析	47
4.1 有机质的测定(重铬酸钾-硫酸消化法)	47
4.2 腐殖质组成的快速测定	49
4.3 纤维物质的测定	51
4.4 土壤有机物颜色的测定	53

主要参考文献	54
第五章 土壤氮的测定	55
5.1 全氮的测定	55
5.2 碱解氮的测定(碱解扩散法)	58
5.3 铵态氮的测定(靛酚蓝比色法)	60
5.4 硝态氮的测定	62
主要参考文献	66
第六章 土壤磷的测定	67
6.1 全磷的测定	67
6.2 有效磷的测定	70
6.3 柠檬酸溶性磷的测定	73
6.4 磷酸盐的吸持	75
主要参考文献	76
第七章 土壤钾的测定	77
7.1 全钾的测定	77
7.2 速效钾的测定(乙酸铵浸提-火焰光度法)	79
7.3 缓效钾的测定(硝酸消煮-火焰光度法)	80
主要参考文献	81
第八章 土壤交换性能的分析	82
8.1 阳离子交换量的测定	82
8.2 交换性盐基及其组成的测定	87
8.3 氯化钾浸提性酸及氢、铝的测定(适用于酸性土壤)	93
8.4 铝饱和度的计算(适用于酸性土壤)	95
8.5 氯化钡-三乙醇胺(pH8.2)浸提性酸的测定(适用于酸性土壤)	95
8.6 碱化土壤交换性钠的测定	96
8.7 碱化土壤钠饱和度的计算	99
主要参考文献	100
第九章 土壤水溶性盐总量和组成的测定	101
9.1 土壤水溶性盐待测液的制备	101
9.2 烘干残渣及盐分总量的测定	102
9.3 碳酸根、重碳酸根离子的测定(双指示剂滴定法)	105
9.4 氯离子的测定	106
9.5 钙和镁离子的测定	108
9.6 硫酸根离子的测定	110
9.7 硝酸根离子的测定(还原蒸馏法)	113

9.8 钾和钠离子的测定(火焰光度法)	114
9.9 离子色谱分析	115
9.10 阴阳离子的精密度	118
主要参考文献	118
第十章 土壤矿质全量元素的分析	119
10.1 样品待测液的制备	119
10.2 二氧化硅的测定	122
10.3 铁的测定	126
10.4 铝的测定	128
10.5 锰的测定	130
10.6 钛的测定	132
10.7 钙、镁的测定	135
10.8 钾、钠的测定	138
10.9 磷的测定	139
10.10 烧失量的测定(灼烧减重法)	140
10.11 全硫的测定	141
主要参考文献	147
第十一章 强酸消化元素的测定	148
11.1 样品待测液的制备	148
11.2 二氧化硅的测定(硫酸亚铁铵比色法)	150
11.3 铁的测定	152
11.4 铝的测定	152
11.5 锰的测定	153
11.6 钛的测定	154
11.7 钾、钠的测定	154
11.8 磷的测定	154
11.9 钙、镁的测定	155
主要参考文献	155
第十二章 土壤氧化物的分析	156
12.1 游离氧化物的测定	156
12.2 非晶质氧化物的测定	166
12.3 络合态氧化物的测定	174
12.4 氢氧化钠浸提性硅、铝的测定	179
12.5 硫酸铝浸提性铁、锰的测定	183
主要参考文献	187

第十三章 土壤野外调查的速测方法 ·····	188
13.1 酸碱度的测定(混合指示剂法)·····	188
13.2 碳酸钙的测定(盐酸发泡估测法)·····	189
13.3 碱化反应的测定(酚酞指示剂法)·····	189
13.4 水田土壤亚铁的测定(邻菲罗啉指示剂法)·····	190
13.5 水田土壤氧化还原电位的测定(电位计法)·····	190
13.6 土壤中还原性物质(田间原位电极法)·····	192
主要参考文献·····	192
第十四章 土壤中原生矿物和黏土矿物的鉴定 ·····	193
14.1 原生矿物的鉴定(偏光显微镜鉴定)·····	193
14.2 黏土矿物的鉴定(X射线衍射仪鉴定)·····	194
14.3 非晶物质的定量·····	202
14.4 高岭石和埃洛石的定量·····	205
14.5 过渡矿物的定量·····	206
14.6 蛭石和蒙脱石的定量·····	207
14.7 云母类矿物的定量·····	209
14.8 绿泥石的定量·····	210
14.9 长石和石英的定量·····	211
14.10 三水铝石的定量·····	213
主要参考文献·····	214
第十五章 土壤微形态鉴定 ·····	215
15.1 土壤薄片的制备·····	215
15.2 土壤薄片的观察和描述·····	222
15.3 土壤薄片的摄影及照片整理·····	242
主要参考文献·····	243
附录 ·····	245
一、酸碱指示剂·····	245
二、酸碱混合指示剂·····	246
三、氧化还原指示剂·····	248
四、络合指示剂·····	248
五、不同组成形式的换算因数表·····	250
六、标准筛孔对照表·····	253

第一章 土壤样品的采集和制备

正确的采集和制备土壤样品对于实验室分析结果能否确切地反映野外土壤实际情况具有重要意义。

1.1 土壤样品的采集

1.1.1 位置选择

采样位置应远离道路、围墙、老的村庄及其他可能造成土壤特性错乱的场地。

若采集单个土体的重复样品,两个重复样点位置应根据不同制图比例尺的要求相隔一定距离,且不在土壤图上的同一个图斑范围内。若按横切断面采样,则必须注意使所要测验的变量在考虑其他变量之后能得到充分评定,所采集的各单个土体应具有可比性。为了扩充以某一中心位置为重点研究所取得的数据,可以采集卫星式单个土体,这些单个土体相互间距依赖于所进行测验的性质不同可能为几米或几千米。

1.1.2 单个土体样品采集

挖剖面分层取样,一般剖面宽 1m,长 2m,深度应为 1.2~20m。若母质层出现在离土表 1.2m 深之内,则应挖至母质层;若石质接触面或准石质接触面出现在离地表 1.2m 深以内,就挖至石质接触面或准石质接触面。若需要评定和描述大于剖面的单个土体,则用打钻或挖对照剖面加以补充。侧向均一的单个土体,每层采集样品宽度应为 30~50cm。每个样品应代表每个土层的全部横断面的土壤,每层取土 2~3kg,装入塑料袋或布口袋中,填写 2 张标签,注明单个土体编号、地点、土壤名称、层次、深度、日期及采集人,1 张放入土样袋中,另 1 张结在袋口,扎紧袋口以防土样泄漏。供测定容重和水分吸持的土块应该采自每个土层的中心位置,供制备薄片的土块则应从形态特征表现明显的部位采样。土块先放入塑料袋内,然后再装在坚固纸盒中,以便运输。若某单个土体的发生土层沿侧面方向呈现不连续,或其厚度或某些形态特征表现程度有显著变化,则应从该单个土体的不同部分(或土壤剖面上不同部位)分别采样。从土坑底部开始,向上逐层采样,以减少污染。

若有 >20mm 的岩屑存在,需按 1.1.3 所述的方法采样。对于差别明显的土壤物质,应估计各个组成成分所占的比例,并记载入单个土体的描述中。若有必要,

可分别采取各个组成分的样品。若形态上可识别的发生土层厚度在单个土体上部 $>30\text{cm}$ 或在单个土体下部 $>60\text{cm}$, 则应细分亚层采样, 并考虑土壤分类系统的需要划定亚层界限。

1.1.3 具有岩屑的土壤样品采集

“岩屑”是指土壤中粒径为 2mm 或更大, 但其水平阔度小于单个土体大小的部分。“岩屑”与“粗碎块”的含义并不相同, 粗碎块是指土壤中粒径为 $2\sim 250\text{mm}$ 的部分, 它不包括 $>250\text{mm}$ 的石块和巨砾。

对于具有岩屑的土壤需按下列 2 种方法中的任意一种进行估测采样。

(1) 体积估测

目测估计 $>250\text{mm}$, $75\sim 250\text{mm}$ 及 $20\sim 75\text{mm}$ 的岩屑各占土壤总体积的比例 ($\text{mL} \cdot \text{L}^{-1}$), 并记载入单个土体描述中, 然后采取 $<20\text{mm}$ 部分的样品 $2\sim 3\text{kg}$, 并装入密封闭气的塑料袋中, 以便测定田间水分含量, 计算各级粗碎块的体积含量。

(2) 质量估测

目测估计并记载 $>75\text{mm}$ 部分占土壤总体积的比例 ($\text{mL} \cdot \text{L}^{-1}$)。先取 $<75\text{mm}$ 部分的样品 $15\sim 20\text{kg}$, 称重, 过筛, 分出其中 $20\sim 75\text{mm}$ 部分并称其质量, 记载 $20\sim 75\text{mm}$ 和 $<75\text{mm}$ 部分的质量, 再从 $<20\text{mm}$ 部分中采取 $2\sim 3\text{kg}$ 样品, 装入密封闭气的塑料袋中, 以便测定田间水分含量, 计算各级粗碎块的质量含量。

1.1.4 沼泽土样品采集

若土壤已被排干或自然水位在地表以下, 则上部土层的样品可以通过挖剖面采取。在水位下面的原状土样用泥炭钻采取。若原状土块可以完全无损地取出, 则可用锋利的小刀切削, 采取测定容重的样品, 或切削至恰好与装样铁皮盒或铝盒一样大小, 然后装入盒中。

水位下面各土层的大量样品则以竖杆用的掘洞器采取。先去除地面铺垫物, 后用竖杆掘洞器采取下部土层样品。把各层土样排在塑料布上, 经验对后, 立即装入塑料袋, 以手搓揉样袋驱出空气, 扎紧袋口, 再套上另一个塑料袋, 扎紧袋口, 结上标签。软烂的原状土样可用泥炭钻采取。

1.2 土壤样品的制备

土壤机械组成包括岩屑和细土两大部分, 其详细划分如表 1.1 所示, 通常按不同需要取其中某一部分或全部进行样品制备。

表 1.1 土壤机械组成

	名 称		粒径/mm
岩 屑 部 分	石块、巨砾		>250
	粗碎块 (石砾)	大	75~250
		中	20~75
		小	5~20
		极小	2~5
细 土 部 分	砂粒	极粗	1~2
		粗	0.5~1
		中	0.25~0.5
		细	0.1~0.25
		极细	0.05~0.1
	粉粒		0.002~0.05
	黏粒	粗	0.0002~0.002
		细	<0.0002

1.2.1 细土(<2mm)样品

野外采回的土壤样品应及时摊放在托盘或干净纸张上,挑去植物根茎残体及砖瓦片等侵入体,进行风干,适宜温度为 30~35℃,不得置于阳光下直接曝晒。把风干的土样放在木板或塑料板上用圆木棍碾碎,然后通过 10 号筛(2mm),反复进行,使土块全部碾碎过筛。若在土样中有铁锰结核、石灰结核、铁子或半风化体则不能用木棍碾碎,应细心拣出称重,保存备用。对于具有岩屑的土壤样品应在风干前把野外采回的湿润土样称重,并按 2.4 所述的方法分离出粗碎块,测定计算其含量,并保存备用。

经风干过筛的细土(<2mm)样品充分混匀后盛于广口瓶内。再根据化学分析项目的不同要求,按四分法取一部分已通过 10 号筛的土样进一步研磨,使其全都通过 60 号筛(0.25mm)为止,并从通过 60 号筛的土样中取一部分继续研磨,使其全部通过 100 号筛(0.149mm)为止。研磨过筛后的样品混匀后,即可装瓶或装袋,并贴上标签,写上号码。瓶内或袋内的样品应保存在样品架上,尽量避免日光、高温、潮湿、酸碱气体等的影响,否则会影响分析结果的准确性。

1.2.2 含碳酸盐的土壤样品

对于含碳酸盐的土壤样品可以预先经过去除碳酸盐处理,然后再进行分析测定。下面介绍用酸性乙酸钠缓冲液(pH5)去除土壤样品中碳酸盐的方法。

(1) 方法

用宽约 15cm 的纤维质包装套制成渗析膜口袋,底部用宽橡皮带扎紧,装入土样(若为非砾质且高含石灰质的土样,需装 6kg);加 1L pH5 的 $1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ NaOAc 缓冲液,渗析袋的上口围绕一根长 10cm 的玻璃排气管扎紧,把整个渗析袋装置悬挂在盛有 60L 缓冲液的塑料桶里。若碳酸盐正在进行溶解作用,可搓揉渗析膜口袋,使 CO_2 气泡逸出。当搓揉渗析膜口袋没有 CO_2 气泡形成时,打开渗析膜袋口,并用强酸检验粗颗粒上碳酸盐包被物(在粗颗粒上碳酸盐保留时间较长);若土样已没有碳酸盐,就把渗析膜口袋装置移到另一大塑料桶内用自来水流连续洗涤脱盐,通过玻璃排气管取出少量清液,测量其电导,检查渗析膜口袋内的离子浓度,继续渗析,直至盐分浓度 $< 1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 为止。

按土样在用缓冲液处理之前是否去除 $> 2\text{mm}$ 的颗粒,采用不同干燥土样的方法。若已去除,在渗析膜口袋中用滤管抽吸去除多余的水分,搓揉渗析膜口袋,混匀土样,并把它放置于酒精中,使其进一步脱水,然后,从渗析膜口袋中取出土样,进行风干。若用缓冲液处理的土样尚含有 $> 2\text{mm}$ 的颗粒,则用 10 号筛(2mm)把土样进行湿筛,然后将留在筛面上($> 2\text{mm}$)的样品再进行干筛,并把筛下来的 $< 2\text{mm}$ 部分与由湿筛分离出来的 $< 2\text{mm}$ 部分放在一起,用滤管去除大部分水分后,再用酒精把土样转移到浅盘上进行风干。酒精可以防止在干燥过程中黏粒团聚成为稳固的薄片结构物。

(2) 说明

去除碳酸盐所需的时间,依颗粒大小、碳酸盐种类和含量及样品量多寡而变化很大,受碳酸盐强烈胶结的发生层土壤样品需要 2 个月。缓冲液中碱土金属离子的浓度明显地影响着去除碳酸盐的速率,在缓冲能力未被消竭之前,经常更换塑料桶内缓冲液,使其中碱土金属离子维持在低浓度水平,可明显增加去除碳酸盐的速率。脱盐通常约需 4 天。

对于碳酸盐-胶结的发生层土壤,全部样品并不都是 $< 2\text{mm}$ 的颗粒,必须用缓冲液处理。对于没有碳酸盐胶结的发生层土壤,全部样品用缓冲液处理也具有洗涤 $> 2\text{mm}$ 的粗骨部分,去除黏附其上的细小颗粒和有机物质的优点。

对于非砾质的发生层土壤,需用大量样品(约几千克)进行缓冲液处理,因为其 $< 2\text{mm}$ 部分的数量少,同时,使用大量样品也增加 $> 2\text{mm}$ 部分含量比例的准确性。

1.2.3 碳酸盐固结的含粗碎块土壤样品

把野外采回的土样捣碎混匀,用 4 分法分成若干份亚样品。取 1 份亚样品称重后,用酸性乙酸钠缓冲液(pH5)处理,去除碳酸盐,并把粗碎块与细土部分分开,两部分再分别称重,用无碳酸盐细土部分进行物理、化学和矿物学测定;另取 1 份

亚样品全部研磨,使其通过 60 号筛,测定其中碳酸盐含量(质量)。

上述所测出的各项质量可用来计算细土部分 CaCO_3 含量,可以把无碳酸盐细土为基础的各项分析结果数值换算为以全部土壤为基础的或含碳酸盐细土为基础的数值。

1.2.4 粗碎块(2~20mm)样品

(1) 2~20mm 样品

把从 1.2.1 分离出的 2~20mm 粗碎块用机器粉碎至 $<2\text{mm}$ 。

(2) $<2\text{mm}$ 样品

把上述由粗碎块(2~20mm)粉碎为 $<2\text{mm}$ 的样品与从 1.2.1 中分离出的细土($<2\text{mm}$)样品充分混匀而成。

1.2.5 全部土壤样品

野外采回的土壤样品摊放在托盘上,置于 $30\sim 35^\circ\text{C}$ 温度下,进行风干,然后用机器粉碎,使全部样品通过 10 号筛(2mm)。

1.3 黏粒($<0.002\text{mm}$)样品的制备

土壤中黏粒样品制备的目的在于提纯黏粒,分析其化学成分和鉴定矿物组成,其方法是斯托克斯定律为基础,利用土粒在静水中沉降规律,将 $<0.002\text{mm}$ 的黏粒部分收集起来(参见土壤颗粒组成的测定)。

1.3.1 主要仪器设备

特制虹吸管、陶瓷滤管、玛瑙研钵等。

1.3.2 试剂

同土壤颗粒组成的测定 2.1.1.2。

1.3.3 操作步骤

(1) 称样

一般称取通过 2mm 孔径筛的风干土样约 30g(如样品质地偏砂,可稍增加其称量)于 400mL 高型烧杯中。

(2) 去除碳酸盐

去除方法参见土壤颗粒组成的测定 2.1.1.3(2),待样品中碳酸盐全部分解后,继续用 $0.05\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{HCl}$ 溶液处理,但要改换用陶瓷滤管抽气过滤清洗,直至

滤液中无钙离子存在,随后再换用水继续抽气过滤清洗,洗净氯离子。

(3) 去除有机质

去除方法参见土壤颗粒组成的测定 2.1.1.3(3)。

(4) 制备悬液

① 加分散剂,煮沸分散。将上述去尽碳酸盐及有机质的样品,用少量水转移到有柄瓷蒸发皿中,分散剂一般为 $20\text{g} \cdot \text{L}^{-1} \text{Na}_2\text{CO}_3$ 溶液 50mL(也可用其他分散剂来达到改善分散效果)。再加水至 250mL,加盖表面皿,放置于电热板上加热煮沸,沸腾后保持 15min。也可采用振荡分散方法。

② 过洗筛、定容。将煮沸分散的悬液,通过 0.05mm 孔径筛,用水把 $<0.05\text{mm}$ 的土粒全部洗入 1L 高型烧杯(事先在杯外壁,距底起分别划 3cm、5cm、15cm 三条标记线,图 1.1),加水定容至 15cm 标记线,筛上 $>0.05\text{mm}$ 粒径的颗粒部分一般可弃去。如果需要测定 $>0.05\text{mm}$ 砂粒部分的元素含量,可将其转入铝盒烘干,称重,保留。

(5) 黏粒分离

① 用带橡皮头的玻璃棒搅拌 1min,使悬液均匀分布。搅拌停止,即为开始沉降时间,记录时间,并盖上表面皿,在沉降过程中,需测记 3 次液温,取其平均值,计算黏粒($<0.002\text{mm}$)提取时间(参见土壤颗粒组成的测定表 2.3)。

② 在规定吸取时间前 30s,将虹吸管轻轻插入悬液,到预定深度,到时打开活塞抽吸悬液于 5L 磨口试剂瓶中(图 1.1)。

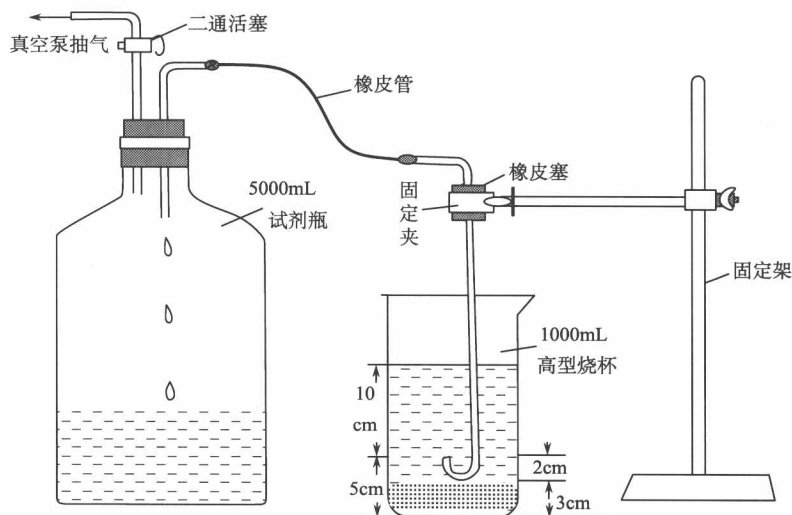


图 1.1 黏粒提取装置图

③ 向烧杯中加水,液面低于 15cm 标记线 2~3cm,用分散剂 $20\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ Na_2CO_3 溶液来调至 pH8~9,再用水定容至 15cm 标记线。按规定时间沉降、吸取。

④ 按上述步骤,加分散剂调节 pH,定容、搅拌、沉降、吸取,如此反复多次进行,直至到规定吸液时,自液面(15cm 标记线)下 10cm(5cm 标记线)高度内几乎全部澄清为止。

⑤ 浓缩,用 1:9 HCl 边滴加边搅拌黏粒悬液,直至分散的黏粒悬液出现凝絮为止。

⑥ 黏粒悬液凝絮沉淀后,抽去上部清液,将下部的黏粒移入 400mL 高型烧杯,加水,用陶瓷滤管抽洗,除尽氯离子。

⑦ 将上述除尽氯离子的黏粒,置于红外灯下烘干(50℃左右)。用玛瑙研钵将黏粒磨细,并通过 0.149mm 孔径筛,装瓶备用。

主要参考文献

- 中国科学院南京土壤研究所. 1978. 土壤理化分析. 上海:上海科学技术出版社:1-6.
- USDA,SCS. 1984. Procedures for Collecting Soil Samples and Methods of Analysis for Soil Survey. Washington,D. C.;Soil Survey Investigations Report,No. 1:12-14.
- USDA,NRCS. 1995. Soil Survey Laboratory Information Manual. Washington,D. C.;Soil Survey Investigations Report,No. 45. Version 10.