

F-HZ-DZ-TR-0084**土壤—粘粒的提取—离心机法**

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

使用离心机提取土壤粘粒的目的是为了节省沉降静置时间,根据司笃克斯定律,土粒在液体中沉降的速度和土粒的半径的平方成正比,而和粘滞系数成反比。即不同粘度的土粒沉降速度不同,如受到同样的外加力时,所有的土粒沉降速度仍服从上述规律。当离心机工作时产生离心力,离心管中的土粒受到离心力的影响很快下降。如离心管是自由式,可甩成水平,土粒沉降呈直线运动,其时间公式为:

$$t = \frac{\eta \log R_2 / R_1}{3.81N^2 r^2 (dp - d)}$$

如离心管是固定的,离心管不能甩成水平,离心管中土粒要碰撞管壁,不呈直线运动,其时间公式为:

$$t = \frac{\eta \log R_2 / R_1 \times (R_2 - R_1)}{3.81N^2 r^2 (dp - d) \times \cos \theta}$$

如采用日制“精工”RS-20III型离心机(固定式),时间公式为:

$$t = \frac{\eta \log R_2 / R_1}{0.2282N^2 r^2 (dp - d)}$$

式中: R_1 ——液面至轴心距离, cm; R_2 ——土粒沉降底部至轴心距离, cm; N ——离心机转速, r/s; r ——土粒半径, cm; dp ——土粒密度 g/cm^3 ; d ——介质密度, g/cm^3 。

3 仪器

3.1 离心机,附离心管。

3.2 试剂瓶,5000mL。

4 操作步骤

4.1 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。

4.2 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)。

4.3 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。

4.4 将悬浮液分别移入300mL固定式离心管中(或50mL活动式离心管中),对称两个离心管

质量必须相等，将离心管移入离心机中，盖好机盖，按不同离心机要求的公式计算离心时间。
4.5 调节离心机各自动控制系统(调节温度、时间、转速等)，开动离心机开关，达到所需的转动时间，应立即停止离心。待停稳后开盖，取出离心管，并将上部悬浮液收集于 5000mL 试剂瓶中。

4.6 离心管内的土粒加水，并用碳酸钠溶液调节至 pH 8~9，用玻璃棒将土粒搅动，对称两离心管称至平衡，并移至离心机中对称放置，继续离心，再倒出上部悬浮液，反复操作直至上部悬浮液接近澄清为止。

4.7 5000mL 试剂瓶中收集的悬浮液，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：每次上机前必须将悬浮液调节至 pH 8~9，离心管质量必须对称相等才能上机。

注 2：液面高应一致，否则 R_1 不准，离心时间也不准，提取的粘粒也不符合要求。故每次离心管内液面都必须达到离心管口下沿。

注 3：试验前应先量出 R_1 、 R_2 、 N 、 r 等值以及所需控制的温度，并查出该温度下水的密度(d)和该温度下水的粘滞系数(η)(见表 1)，然后才能计算离心所需转速和时间。

表 1 不同温度下水的粘滞系数和密度

温 度℃	η g/(cm·s)	d g/cm ³	温 度℃	η g/(cm·s)	d g/cm ³
4	0.015 67	1.000 000	18	0.010 56	0.998 623
5	0.015 19	0.999 992	19	0.010 30	0.998 4321
6	0.014 73	0.999 968	20	0.010 05	0.998 232
7	0.014 28	0.999 929	21	0.009 31	0.998 021
8	0.013 86	0.999 876	22	0.009 58	0.997 799
9	0.013 46	0.999 809	23	0.009 36	0.997 567
10	0.013 08	0.999 728	24	0.009 14	0.997 326
11	0.012 71	0.999 633	25	0.008 94	0.997 074
12	0.012 36	0.999 525	26	0.008 74	0.996 813
13	0.012 03	0.999 404	27	0.008 55	0.996 542
14	0.011 71	0.999 271	28	0.008 36	0.996 262
15	0.011 40	0.999 126	29	0.008 18	0.995 974
16	0.011 11	0.998 970	30	0.008 01	0.995 676
17	0.010 83	0.998 802	31		0.995 369

注 4：计算举例(日制精工 RS-20III型离心机) $R_1=5.3\text{cm}$ ， $R_2=15\text{cm}$ ， $N=100\text{r/s}$ ， $dp=2.658\text{g/cm}^3$ ， $d(20^\circ\text{C})=0.99823\text{g/cm}^3$ ， $r=0.002/2=0.001\text{mm}=0.0001\text{cm}$ ， $\eta(20^\circ\text{C})=0.01005\text{g/(cm}\cdot\text{s)}$ ，计算求得 $t=120\text{s}=2\text{min}$ ，即需离心 2min。

5 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.