

F-HZ-DZ-TR-0086

土壤—矿质全量元素(硅)的测定—聚环氧乙烷凝聚质量法

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

采用聚环氧乙烷高分子有机化合物凝聚脱硅质量法测定硅，方法简便、快速，可以与动物胶脱硅质量法媲美。土样以碳酸钠熔融分解，盐酸提取后加热蒸发至湿盐状，加入聚环氧乙烷凝聚硅酸，使硅酸脱水成二氧化硅沉淀，然后过滤、灼烧、称量得硅量。

3 试剂

3.1 聚环氧乙烷溶液：称取 0.1g 聚环氧乙烷（PEO），溶于 100mL 水中，此溶液数月不变。

3.2 盐酸溶液：8mol/L，量取 667mL 盐酸(ρ 1.19g/mL)，加水稀释至 1000mL。

3.3 盐酸溶认，1+20。

3.4 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 μ 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℃的高温炉中，升温至 950℃~1000℃熔融 30min。将坩埚取出，冷却。同时做空白试验。。

6.2 将铂坩埚置于 250mL 烧杯中，加入 40mL 8mol/L 盐酸溶液，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（约 15mL 左右）。

6.3 冷却，加入 5mL 聚环氧乙烷溶液，轻轻搅拌后放置 5min。加入 10mL 水稀释，以中速定量滤纸过滤，以盐酸溶液（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。

6.4 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：在水浴上蒸发至湿盐状，浓缩体积应控制在 20mL 以内，否则很难过滤。

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。