

用不饱和聚酯树脂制备土壤薄片的方法

中国科学院南京土壤研究所土壤微形态实验室

利用土壤薄片在偏光显微镜下研究土壤的方法随着土壤薄片制备技术的不断改进而获得广泛传播后,土壤微形态分析便越来越为土壤工作者所注意和重视,并成为与土壤物理分析和化学分析等相辅相成、互为补充的研究土壤的重要手段。

通过土壤薄片观察可以了解土壤中植物残体的不同分解和腐殖化程度的形态和分布、土壤生物的活动及其对土壤的影响、土壤结构状况、土壤孔隙形态和孔隙度、土壤中颗粒大小及其分布、原生矿物的种类及其风化状况、土壤中各种新生体的形态和分布、以及土壤中粘粒、腐殖质和其他矿质成分的移动淀积状况等等。

多年来关于制备土壤薄片的方法在国内外已有不少报导,各种方法都有其一定的优点和存在问题,特别是选择什么样的浸渍剂来制备土壤薄片是开展土壤微形态工作的一个十分重要的关键。

就国内来说,以往在制备土壤薄片时所采用的浸渍剂在天然树脂方面有加拿大树胶〔1〕、松香〔2〕、达玛树胶〔3〕等。在合成树脂方面有甲基丙烯酸甲酯〔4〕和环氧树脂〔5〕。

自从1924年C. S. Ross〔转引自6〕用加拿大树胶浸渍某些土样获得成功以来,不少地质部门在制备松散岩石和土壤薄片时采用了这种方法,但由于其来源不易(需进口),价格昂贵以及具有一系列类似松香的缺点,遂被淘汰。而后,Э. ф. Мочалова〔7〕用松香——二甲苯代替加拿大树胶浸渍土样,这种浸渍剂虽然来源方便,成本低廉。折射率也与加拿大树胶相近,但在制备薄片过程中却存在着一系列的缺点:(1)土样的浸渍采取长时间加热“煮胶”的方法,温度高达130—135°C以上,易致土壤结构的破坏;(2)土壤中某些成份在这种温度条件下会发生变化;(3)热的松香二甲苯溶液易引起有机质的溶解,特别是在浸渍有机质含量较高的表土时,大量有机质溶入胶液,使胶液染色,甚至影响固化;(4)在煮胶过程中,随着温度的增高和时间的延长,松香颜色变深,对土样有染色作用(土色失真);(5)不能在减压条件下进行浸渍,故土样常不能充分浸透;(6)不能用煤油作磨片的冷却润滑液,因为煤油会溶软松香,这样,制备含蒙脱石的土壤薄片就较困难;(7)用冷杉胶盖片时,常因加热而致土样融裂;(8)薄片在长期保存过程中也易发生裂化现象。达玛树胶的情况与加拿大树胶和松香类似。

关于甲基丙烯酸甲酯,优点是采用减压法浸渍土样,一般较易浸透,固化温度也低(40—60°C或不超过100°C),但聚合时间长,需80—180小时。如温度掌握不当,会产生聚爆(形成气泡);折射率偏低(1.48—1.52);而且价格也较贵。

环氧树脂的优点是在减压条件下一般较易浸透〔8〕,固化温度低,但折射率偏高(1.58以上),价格也较贵。

鉴于上述,我们选用不饱和聚酯树脂作浸渍剂制成了合乎镜下鉴定要求的高质量土

壤薄片。

不饱和聚酯树脂是一种多品种多牌号的合成树脂,我们选用的是其中低粘度、耐热性的牌号:如198*(常州253厂生产)和3198*(上海新华树脂厂生产),其粘度为4—9泊/25°C,固化后热变形温度在90°C以上。它易于浸透土样,固化方便,折射率接近加拿大树胶,经用阿贝氏折射仪测定为1.54左右(198*为1.5375,3198*为1.5448),成本较低。价格只有环氧树脂和甲基丙烯酸甲酯的三分之一(注:其他牌号的不饱和聚酯树脂如通用的196*也可采用,但折射率偏高,在1.56左右)。

关于用不饱和聚酯树脂制备土壤薄片的方法在国外虽然曾有一些报导^[9,10,11],但是往往缺乏关键性技术的提及,以致应用较为困难;另一方面在方法上还存在一些缺点,例如固化时间太长,需要十天左右,甚至廿多天,又因其在配方中所加催化剂和促进剂的量过低,易导致树脂固化不佳,影响磨片。

我们经过对不饱和聚酯树脂的不同配方、不同固化温度、不同固化时间的试验,并在工作实践中又不断加以改进提高,初步摸索出一套既可室温固化,又可加热固化(一般不超过80°C),固化时间短(加温固化仅需20小时左右,室温固化也只需放置几天,或者放置24小时然后进行加热处理数小时即可),固化效果良好的浸渍土样和制备土壤薄片的方法。现介绍于下,供有关工作部门参考。

一、标本的采集和处理

1. 标本的采集 在野外进行土壤剖面观察后,自下至上按发生层选择能代表该层特征的部位,小心采集原状土,并标明方向,一般采集垂直方向的标本,也可视需要采集水平方向的标本。十分松散的土样可用玻璃环刀(用壁厚1毫米、内径28—30毫米的玻璃管截成高10毫米,一端磨成刀口状)小心套取。所采集的标本在运回室内时应妥为包装,防止受剧烈震动而破坏土壤的自然结构。

2. 标本的处理 标本送到实验室后,首先进行登记编号并晾干风干。可视土壤情况在风干前后用钢锯条、刀子等将标本小心锯切成 $2.5(2) \times 3 \times 0.5(1)$ 厘米³的土样。锯切后的土样应标明方向,将工作面(即需要磨片的那一面)向上放入容器中。然后于105°C左右烘干12小时(有水分存在会造成不饱和聚酯树脂固化不良)。烘干后放入干燥器冷却备用。

二、土样的浸渍和固化

1. 固化方法的确定

用不饱和聚酯树脂浸渍土样有两种固化方法,即热固化和冷固化。

(1) 热固化方法:用过氧化苯甲酰在邻苯二甲酸二丁酯中的50%糊状溶液(重量比)作催化剂(简称催化剂B),在加温条件下使其固化。用量为不饱和聚酯树脂的0.5—0.6%(容量比)。配制后使用寿命长达半个月以上。固化条件是50°C过夜,70°C 2小时,80°C 2小时。催化剂B在使用前要摇匀。

(2) 冷固化方法:用过氧化环己酮在邻苯二甲酸二丁酯中的50%糊状溶液作催化剂(简称催化剂H)和用环烷酸钴在苯乙烯中的6%溶液(重量比)作促进剂(简称促进剂E),在室温条件下进行固化。催化剂H的用量固定为不饱和聚酯树脂的4%(容量比)。促进

剂E的用量则需视气温高低而异。据我们的试验,表1所列的用量是比较合适的。

表1 促进剂E用量标准

室温(°C)	一般土样(每100毫升不饱和聚酯树脂毫升数)	粘重致密土样(每100毫升不饱和聚酯树脂毫升数)
10—15	0.25 (5滴)	0.2
16—18	0.2 (4滴)	0.15
19—22	0.15 (3滴)	0.1
23—26	0.1 (2滴)	0.075
27—30	0.075 (1.5滴)	0.05
30—33	0.05 (1滴)	0.025
>33	0.025 (0.5滴)	0.01

注:用量过低不易滴取时可用苯乙稀稀释后使用。

两种固化方法各有其优缺点。热固化方法需在通风橱内的恒温箱中进行,固化操作不如冷固化简易。但其优点是:固化速度快;浸渍剂配制后使用寿命长,故可静置半日以消除配胶过程中产生的气泡;灌胶后留在容器中的剩胶不必马上清洗;采用50°C过夜,此时胶液粘度最小,有可能使胶液进一步渗入灌胶时尚未充分浸透的土壤孔隙中。冷固化方法的优点是固化操作简易方便,但胶凝速度较快,要随配随用,因此不易消除配胶过程中所产生的气泡。减少促进剂E用量虽然可以减缓胶凝速度,但会引起固化不良。灌胶后留于分液漏斗中的剩胶必须立即用丙酮清洗。

2. 浸渍剂的配制

配浸渍剂的一切用具均须干燥无水汽。采用热固化方法的浸渍剂可在半天以前配就,以便消除气泡。如用冷固化方法,则在土样减压抽气前或抽气时配制,不宜早配,要根据土样数量和浸渍容器大小估计用量,以免造成不必要的浪费。

先用量杯量取不饱和聚酯树脂,徐徐滴入催化剂B或催化剂H,并不断搅拌。如用冷固化方法,则待搅匀后再徐徐滴入促进剂E并搅拌均匀。配制后即可倾入分液漏斗。

3. 浸渍容器和脱模剂的涂刷

浸渍容器可采用玻璃质、瓷质、铝质、聚苯乙烯质容器。冷固化时尚可采用聚乙烯质容器。容器大小以恰好能放入土样为宜。容器内壁力求平滑无凹凸,上部不能比下部小,以便脱模。

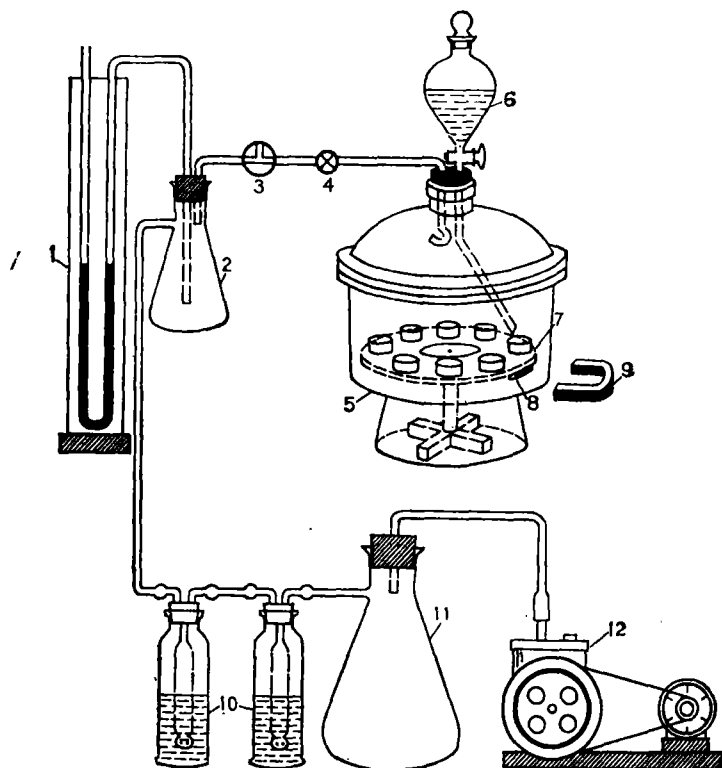
为了便于取出固化土样,对内壁不够光滑的容器,应预先涂刷脱模剂。可根据情况采用下列两种:

(1) 聚苯乙烯—二甲苯溶液(聚苯乙烯树脂10克加二甲苯100毫升)。为促使溶解,可稍加热,待全部溶解后,用毛笔涂刷于容器内壁,放置半小时后即干燥成膜,这种脱模剂适用于热、冷固化方法,配制方便,成膜快,脱模效果好。

(2) 石蜡—松节油溶液(石蜡10克加松节油40毫升)。先将石蜡融化,然后加松节油搅匀,在热而不烫时用毛笔涂刷于容器内壁。这种脱模剂配制方便,脱模效果较好,适宜于冷固化,对热固化则效果差些。

4. 土样的浸渍

在灌胶前应先将土样在减压条件下抽去土壤孔隙中的空气。将干燥器中的土样小心移入涂过脱模剂的容器中,工作面向上。



土样浸渍装置图

1. 水银减压计 2. 1000毫升安全瓶 3. 三路真空活塞 4. 压力调节夹 5. 真空干燥器
6. 分液漏斗 7. 转盘 8. 小磁铁 9. 大磁铁 10. 500毫升洗气瓶 (内盛真空泵油)
11. 2500毫升安全瓶 12. 真空泵

土样的减压抽气程度要根据当时室温, 参考不同温度条件下苯乙烯的饱和蒸汽压来决定(见表2)。因不饱和聚酯树脂含有约30%的苯乙烯, 如果减压超过苯乙烯的饱和蒸汽压, 则灌胶时胶液会产生大量气泡而“沸腾”溢出容器外。

表2 不同室温时浸渍土样的减压抽气程度

室 温(°C)	苯乙烯的饱和蒸汽压(毫米汞柱)	土样的减压抽气程度(毫米汞柱)
0	1.3	—
10	2.6	4
20	4.9	6
25	6.6	8
30	8.8	10
33	—	12
35	—	14
40	15.2	—

注意一开始减压抽气不能太猛, 要逐渐增加减压程度。启动真空泵前先完全松开压力调节夹, 至水银柱不再上升时, 略抽气片刻, 即旋紧压力调节夹。这样既可防止破坏土壤结构, 又有利于土壤内闭塞空气的排除。

待土样减压抽气至如表 2 所示的毫米汞柱时, 利用压力调节夹控制并维持 5 分钟后即可开始灌胶。徐徐扭开分液漏斗活塞, 依次(用大磁铁吸引转盘转动)从各容器壁边缘徐徐灌胶。先加至土样的1/2高度处。第一次灌胶后维持减压抽气状态15分钟, 再在继续抽气的情况下进行第二次灌胶, 至胶液浸没土样, 并维持减压抽气30分钟到 1 小时, 即不再产生气泡为止。灌胶结束后, 先旋紧压力调节夹, 再扭转三路真空活塞至切断真空干燥器与左侧真空系统的联系, 并使三路活塞一端与大气相通, 然后关掉真空泵。半至 1 小时以后再松开压力调节夹, 徐徐放入空气。自真空干燥器中取出浸渍土样容器。

5. 浸渍土样的固化

(1) 热固化操作: 由于在热固化过程中有苯乙烯蒸汽逸出, 有碍人体健康, 故恒温箱应置于专用通风橱内。热固化时不能鼓风, 因热空气的对流会影响固化质量。升温必须以每小时 10°C 的速度进行, 以防产生气泡和分层。

升温顺序是: 50°C 保温过夜(注意不能超过 50°C , 否则容易胶凝), 60°C 1 小时, 70°C 2 小时, 80°C 2 小时。在 70°C 2 小时以后要注意观察其胶凝固化情况, 以便更好地控制温度, 避免产生固化不良或固化过头现象(发生开裂)。

固化后即停止加温, 并令其在恒温箱内逐渐冷却至室温后方能取出, 以防剧烈收缩或开裂。

(2) 冷固化操作: 灌胶完毕后, 将浸渍土样容器自真空干燥器中取出, 并立即用丙酮清洗分液漏斗。将浸渍土样置于避风(但不能加盖)和无阳光直射之处。固化时有苯乙烯气体逸出, 故最好置于通风橱内(但不能通风)。冷固化时如有过堂风, 会造成苯乙烯挥发过多, 引起固化不良(即表面发粘或形成皱纹)。如加盖密闭也会产生固化不良现象。

冷固化的最适宜温度是 $15-25^{\circ}\text{C}$ 。温度愈低, 胶凝时间愈长, 当室温低于 15°C 时, 固化就不良。

浸渍土样的冷固化, 从加入促进剂至树脂变为胶凝态, 按上述配方约需 6 小时左右, 然后开始固化变硬, 至于完全固化则需几天。必要时可采用热处理的办法来加速固化, 即在室温下放置24小时后, 于 80°C 保温 3 小时。热处理的升降温要求同热固化。

三、土壤薄片磨制的技术要点

用不饱和聚酯树脂浸渍的土样, 制片方法与一般通用方法相似, 但也有其特殊之处。现简要阐述如下:

1. 固化土样切片时, 切块厚度以0.5厘米左右为宜, 不要太薄, 以免磨片时磨块变形。如土样较大, 不宜持续切片, 以防受热变形。切片时应注意切块有无遇水“胀化”现象, 以决定磨片时是否需要用煤油作磨片液。

2. 粘片前必须仔细检查磨块的磨面是否有因变形而显得不平, 如发生变形, 必须重磨, 确认已十分平整后才能粘片。

3. 粘片剂可采用环氧树脂[*6101环氧树脂10克, 邻苯二甲酸二丁酯(增塑剂) 1 克, 三乙烯四胺(固化剂)1.5毫升, 丙酮(稀释剂) 2 毫升, 当室温超过 30°C 时, 固化剂用量可减少为 1 毫升]。其优点是粘结力强, 磨块不会变形(用冷杉胶或加拿大树胶粘片往往会引起热变形, 而且粘结力也差), 使用方便。缺点是折射率偏高, 经测定为1.58。

(下转 336 页)

1、硝酸铵的包装必须严密，使其不受潮湿。国产硝酸铵用的纸袋是五层牛皮纸内有塑料袋包装，每袋约重八十市斤。出厂时要严格检查塑料袋口是否烫好，纸袋是否封好。

2、运输时要注意轻装轻卸、防止纸袋破裂受潮，冬季更需特别小心。堆积硝酸铵时不能过高，通常堆积八到十袋。搬运堆积时，不能穿带有钉子鞋，以免损破。在用车船运输过程中要盖蓬布，预防下雨淋湿受潮结块。

3、贮存硝酸铵仓库，应保持干燥通气，房顶、墙壁、门窗等都不能漏雨。贮存要放在干燥地方，下面一定垫一层砖石或土坯。要严禁烟火，不许吸烟，不允许在附近做与火有关的工作(如电焊等)。对一些容易引起着火的易燃品，各种油类，木屑、棉纱及各种有机物质都应加以清除。万一硝酸铵着火，最好用水来灭火，一则水可以降温，再则可使硝酸铵溶解。此外，不得用锌制的容器贮存硝酸铵。

4、如遇破袋，又无袋更换时，要及时移放到缸内及桶内，加盖封好，以防潮气侵入结块。用肥时要按计划量事先估算好，力求用完一袋再打开一袋。

5、关于硝酸铵结块问题。小型硝酸铵厂，由于产品当地出售，往往没有干燥、造粒等设备，因此在产品出厂时水分较大、温度高，装袋后在不到半小时内就结成大块，这就造成了施肥极大的困难，据调查一袋结块硝酸铵需一个男劳力用半天时间才能敲碎。建议小型硝酸铵厂应注意解决这一问题，如造粒或压片等以防结块。

(上接 333 页)

配胶用器具应先烘干除去水汽。配制后适用时间为 3—4 小时左右。使用过程中因丙酮逐渐挥发而变稠时可再加入适量丙酮。粘片时将环氧树脂涂于土样磨面上，然后将干净载玻片在酒精灯头上略烘，除去水汽，粘于磨面上并轻轻挤压，赶出气泡。粘片后必须平放，微有倾斜即可引起磨块滑动移位。粘片后在室温下放置 2—3 天即可进行磨片。

4. 盖片仍用冷杉胶或加拿大树胶。

参 考 资 料

- [1] 计承道等，土壤制片技术的初步探讨，土壤通报，5，40—41，1963。
- [2] 樊润威等，红壤结构性的磨片观察，土壤学报，11(4)，426—432，1963。
- [3] 耿建民，关于粘土和松散岩石薄片的制备方法，地质科学，1，101—102，1964。
- [4] 唐衡楚等，制作松散岩石及土样薄片的新方法，科学通报，8，65—66，1963。
- [5] 耿建民，油砂和松散岩石薄片制备方法的改进，地质科学，3，285，1966。
- [6] Kubiena, W. L., Micropedology, Collegiate Press, Iowa, 1938.
- [7] Мочалова, Э. Ф., Почвоведение, 10, 98—100, 1956.
- [8] Innes, R. P. et al., Proc. S. S. S. A., 34(3), 483—485, 1970.
- [9] Altemuller, H. J., Arbeiten aus dem Gebiet der Mikromorphologie des Bodens, Verlag Chemie, GmbH, 230—243, 1962.
- [10] Jongerius, A. et al., in West European Methods for Soil Structure Determination, V, 142—143, 1967.
- [11] Fedoroff, N., Bulletin de L' A. F. E. S., 4, 5—15, 1968.