

## F-HZ-DZ-TR-0069

### 土壤—有效硅的测定—乙酸浸提法

#### 1 范围

本方法适用于土壤有效硅的测定。

#### 2 原理

以乙酸-乙酸钠缓冲溶液为浸提剂，浸提液中的硅，在一定的酸度条件下，与钼酸铵生成硅钼酸，用草酸掩蔽消除磷的干扰后，以硫酸亚铁铵还原成硅钼蓝进行光度法测定。

#### 3 试剂

3.1 乙酸-乙酸钠缓冲溶液：量取 49.2mL 冰乙酸( $\rho$ 1.05g/mL)，加入 14.0g 乙酸钠，用水溶解后，加水稀释至 1000mL。用 1mol/L 乙酸和 1mol/L 氢氧化钠溶液调节至 pH4.0。

3.2 硫酸溶液：0.6mol/L，量取 16.6mL 硫酸( $\rho$ 1.84g/mL)，缓慢加入水中，再加水稀释至 1000mL。

3.3 钼酸铵溶液：称取 50g 钼酸铵，溶于 100mL 水中。

3.4 草酸溶液：称取 50g 草酸，溶于 1000mL 水中。

3.5 硫酸亚铁铵溶液：称取 5g 硫酸亚铁铵，溶于 100mL 6mol/L 硫酸溶液中，随用随配。

3.6 硫酸溶液：6mol/L，量取 166mL 硫酸( $\rho$ 1.84g/mL)，缓慢加入水中，再加水稀释至 1000mL。

3.7 硅标准溶液：称取在 105℃ 烘 2h 的纯石英粉 0.5347g（精确至 0.0001g）置于铂坩埚中，加入 4g 无水碳酸钠，混匀，加盖后于 950℃ 高温炉中熔融 30min。冷却后用热水浸取，待熔块溶解后移入 500mL 容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀，溶液转入塑料瓶中保存。此溶液 1mL 含 500 $\mu$ g 硅。再稀释至 1mL 含 50 $\mu$ g 硅。

#### 4 仪器

4.1 分光光度计。

4.2 恒温箱，40℃。

4.3 塑料瓶，250mL，100mL。

4.4 容量瓶，50mL。

#### 5 操作步骤

5.1 待测液的制备：称取通过 2mm 筛孔的风干土样 10.0000g(精确至 0.0001g)置于 250mL 塑料瓶中，加入 100.00mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液，加塞，摇匀，放于 40℃ 恒温箱中保温 5h，每隔 1h 摇动一次。取出，用干慢速滤纸过滤，滤液盛于 100mL 塑料瓶中，初滤液弃去。同时做空白试验。

5.2 吸光度的测量：吸取 5.00mL 滤液（含硅 25 $\mu$ g~150 $\mu$ g）置于 50mL 容量瓶中，加水稀释至 15mL 左右，加入 5mL 0.6mol/L 硫酸溶液，摇匀，再加入 5mL 钼酸铵溶液，摇匀后放置 10min(室温 20℃ 放置 10min，15℃ 以下放置 15min~20min，30℃ 以上放置不超过 5min)。再加入 5mL 草酸溶液，摇匀。加入 5mL 硫酸亚铁铵溶液，摇匀后加水稀释至刻度，摇匀。放置 20min 后，在分光光度计上，于 700nm 波长处，用 1cm 吸收皿测量吸光度，从工作曲线上查得相应的硅量。

5.3 工作曲线：分别取 0、25、50、75、100、125、150 $\mu$ g 硅标准溶液置于 50mL 容量瓶中，加入 5mL 柠檬酸浸提剂，加水稀释至刻度，摇匀，按 5.2 操作步骤操作，测量吸光度，绘制工作曲线。

注 1：浸提温度和时间对浸提量影响较大，本法要求浸提温度控制在 40℃ $\pm$ (1℃~2℃)。

注 2：乙酸浸提法是运用较广的方法，但因其难以溶解铁包膜，对砖红壤和红壤等铁质土壤的有效硅浸提能力，与对中性 and 石灰性土壤的有效硅浸提能力略有差异，所以对不同性质的土壤应有其相应不同的临界指标。

#### 6 结果计算

按下式计算土壤有效硅量:

$$W_{\text{Si}} = \frac{C \times t}{m \times K \times 10^3} \times 1000$$

式中:

$W_{\text{Si}}$ ——有效硅量, mg/kg;

$C$ ——从工作曲线上查得有效硅量,  $\mu\text{g}$ ;

$t$ ——分取倍数 (溶液总体积 100mL/吸取溶液体积 mL);

$m$ ——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。

## 7 允许差

允许相对偏差 $\leq 10\%$ 。

## 8 参考文献

[1] LY/T1266-1999. 森林土壤有效硅的测定.

[2] 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, 201.