

## F-HZ-DZ-TR-0068

### 土壤—有效硅的测定—柠檬酸浸提法

#### 1 范围

本方法适用于酸性、中性和碱性土壤有效硅的测定。

#### 2 原理

植物能吸收利用的土壤有效硅，以柠檬酸为浸提剂，柠檬酸对于酸性、中性和碱性土壤具有较为一致的浸提能力，且浸提量接近植物的吸硅量，得到广泛应用。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 柠檬酸浸提剂：0.025mol/L，称取 5.25g 柠檬酸( $C_6H_8O_7 \cdot H_2O$ )，溶于 1000mL 水中。

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，30℃。

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 柠檬酸浸提剂，加塞，摇匀，放于 30℃ 恒温箱中保温 5h，每隔 1h 摇动一次。取出，用干慢速滤纸干过滤，滤液盛于 100mL 塑料瓶中，初滤液弃去。同时做空白试验。

5.2 测量吸光度：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 30℃ $\pm$ (1℃~2℃)。

注 2：不同浸提剂浸提土壤硅的数量差别较大，因此预示硅肥能否增产的临界指标也不同。此外，气候条件、病虫害、氮肥用量、土壤有机质含量及作物品种等条件都影响硅肥的效果，因此在确定硅肥是否需要施用，必需考虑土

壤有效硅水平和其他有关因素。

## 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] 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, 42.
- [3] 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, 203.