

## 中华人民共和国农业行业标准

NY/T 1121.15—2006

---

### 土壤检测

### 第 15 部分：土壤有效硅的测定

Soil Testing

Part 15: Method for determination of soil available silicon

2006-07-10 发布

2006-10-01 实施



中华人民共和国农业部 发布

## 前 言

NY/T 1121 《土壤检测》为系列标准,包括以下部分:

- 第1部分:土壤样品的采集、处理和贮存
- 第2部分:土壤 pH 的测定
- 第3部分:土壤机械组成的测定
- 第4部分:土壤容重的测定
- 第5部分:石灰性土壤阳离子交换量的测定
- 第6部分:土壤有机质的测定
- 第7部分:酸性土壤有效磷的测定
- 第8部分:土壤有效硼的测定
- 第9部分:土壤有效钼的测定
- 第10部分:土壤总汞的测定
- 第11部分:土壤总砷的测定
- 第12部分:土壤总铬的测定
- 第13部分:土壤交换性钙和镁的测定
- 第14部分:土壤有效硫的测定
- 第15部分:土壤有效硅的测定
- 第16部分:土壤水溶性盐总量的测定
- 第17部分:土壤氯离子含量的测定
- 第18部分:土壤硫酸根离子含量的测定

.....

本部分为 NY/T 1121 的第 15 部分。

本部分由中华人民共和国农业部提出并归口。

本部分起草单位:全国农业技术推广服务中心、湖南省土壤肥料工作站、安徽省土壤肥料总站。

本部分主要起草人:辛景树、田有国、任意、黄铁平、张一凡、郑磊。

## 土 壤 检 测

### 第 15 部分：土壤有效硅的测定

#### 1 应用范围

本部分适用于各种类型水稻土中二氧化硅含量的测定,对于酸性、中性及微碱性土壤具有较为一致的浸提能力。

#### 2 方法提要

用柠檬酸作浸提剂,浸出的硅在一定酸度条件下与钼试剂生成硅钼酸,用草酸掩蔽磷的干扰后,硅钼酸可被抗坏血酸还原成硅钼蓝,在一定浓度范围内蓝色深浅与硅浓度成正比,从而可用比色法测定。

#### 3 仪器和设备

##### 3.1 电热恒温箱

##### 3.2 可见光分光光度计

##### 3.3 塑料瓶(250 mL)

#### 4 试剂和溶液

##### 4.1 二氧化硅( $\text{SiO}_2$ , 优级纯)

##### 4.2 硫酸( $\rho = 1.84 \text{ g/cm}^3$ )

##### 4.3 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$

##### 4.4 草酸( $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )

##### 4.5 抗坏血酸(左旋,旋光度 $+21^\circ \sim +22^\circ$ )

##### 4.6 柠檬酸( $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$ )

##### 4.7 无水碳酸钠

##### 4.8 柠檬酸浸提剂 $[c(\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7) = 0.025 \text{ mol/L}]$

称取柠檬酸 5.25 g 溶于水中,稀释至 1 L。

##### 4.9 硫酸溶液 $[c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) = 0.6 \text{ mol/L}]$

吸取浓硫酸 16.6 mL 缓缓倒入约 800 mL 水中,冷却后稀释至 1 L。

##### 4.10 硫酸溶液 $[c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) = 6 \text{ mol/L}]$

吸取浓硫酸 166 mL 缓缓倒入约 800 mL 水中,冷却后稀释至 1 L。

##### 4.11 钼酸铵溶液(50 g/L)

称取钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$  50.00 g 溶于水中,稀释至 1 L。

##### 4.12 草酸溶液(50 g/L)

称取草酸( $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) 50.00 g 溶于水中,稀释至 1 L。

##### 4.13 抗坏血酸溶液(15 g/L)

称取抗坏血酸 1.5 g,用 6 mol/L 的硫酸溶液溶解并稀释至 100 mL。此液需随用随配。

##### 4.14 硅标准溶液 $[\rho(\text{Si})] = 1 \text{ g/L}]$

准确称取经 920℃ 灼烧过的二氧化硅(SiO<sub>2</sub>, 优级纯)0.534 7 g 于铂坩埚中,加入无水碳酸钠 4 g,搅匀,在 920℃ 高温电炉中熔融 30 min,取出稍冷,将坩埚直立于 250 mL 烧杯中,盖上表面皿,从杯嘴处加热水溶解熔块,无损洗入 500 mL 容量瓶,水定容后立即倒入塑料瓶中存放,即为含硅(Si)1 g/L 的标准贮备溶液。再将此溶液准确稀释成含硅(Si)25 mg/L 的标准溶液备用。

## 5 分析步骤

### 5.1 绘制校准曲线

分别准确吸取含硅(Si)25 mg/L 的标准溶液 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 于 50 mL 容量瓶中,加水稀释至约 20 mL。依次加入 0.6 mol/L 硫酸溶液 5 mL,在 30℃~35℃ 下放置 15 min,加钼酸铵溶液 5 mL,摇匀后放置 5 min,加入草酸溶液 5 mL、抗坏血酸溶液 5 mL,用水定容,放置 20 min 后,在分光光度计上 700 nm 波长处用 1 cm 光径比色皿比色。

### 5.2 试液制备

称取通过 2 mm 筛孔的风干试样 10 g(精确至 0.01 g)于 250 mL 塑料瓶中,加 0.025 mol/L 柠檬酸溶液 100 mL,塞好瓶塞,摇匀,于 30℃ 恒温箱中保温 5 h,每隔 1 h 摇动一次,取出后干过滤。同时做空白试验。

### 5.3 比色

吸取上述滤液 1.00 mL~5.00 mL[使含硅(Si)在 10 μg~125 μg 范围内]于 50 mL 容量瓶中,加水稀释至 20 mL 左右,以下操作步骤同校准曲线。

## 6 分析结果的表述

有效硅(Si)的质量分数以(mg/kg)表示,按式(1)计算:

$$\text{有效硅(Si), mg/kg} = \frac{\rho \cdot V \cdot D}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$\rho$ ——从校准曲线上查得显色液中硅的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

$V$ ——显色液体积,单位为毫升(mL),本方法为 50 mL;

$D$ ——分取倍数,100/5=20;

$m$ ——试样质量,单位为克(g)。

测定结果用重复试验的算术平均值表示,保留两位小数。

## 7 精密度

重复试验结果允许相对相差≤10%。

## 8 注释

- 1) 不同浸提剂浸出土壤有效硅的差别较大,宜统一规定。
- 2) 浸提温度和时间对浸出的硅量影响较大,要求浸提温度稳定在 30℃、时间控制在 5 h。
- 3) 生成的硅钼黄和硅钼蓝的稳定时间受温度影响很大,必须严格控制显色温度和时间。
- 4) 用抗坏血酸代替硫酸亚铁铵,校准曲线直而稳定。