

前 言

本标准在编写上,按 GB/T 1.1—1993 的要求执行。

植物能吸收利用的土壤有效硅,可模拟用弱酸或弱碱浸提出来。pH4.0 HOAc 缓冲液法是较早提出且运用较广的方法,但因其难以溶解铁包膜,对砖红壤和红壤等铁质土的有效硅浸提能力,与对中性石灰性土壤有效硅浸提能力略有差异,因此对性质不同的土壤应该有其不同的临界指标。而柠檬酸法对于酸性、中性及碱性土壤具有较为一致的浸提能力,且浸出量也更接近植物的吸硅量,所以值得提倡。

本标准由中国林业科学研究院林业研究所归口。

本标准起草单位:中国林业科学研究院林业研究所森林土壤研究室。

本标准主要起草人:张万儒、杨光滢、屠星南、张萍。

森林土壤有效硅的测定

Determination of available silica in forest soil

1 范围

本标准规定了采用 HOAc 缓冲液浸提-硅钼蓝比色法和柠檬酸浸提-硅钼蓝比色法测定森林土壤有效硅的方法。

本标准适用于森林土壤有效硅的测定。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

LY/T 1258—1999 森林土壤有效硼的测定

3 HOAc 缓冲液浸提-硅钼蓝比色法

3.1 方法要点

经 pH4.0 HOAc-NaOAc 缓冲液浸提出的硅,在一定的酸度条件下,可与钼试剂起反应生成硅钼酸,用草酸等掩蔽剂去除磷的干扰后,硅钼酸可被硫酸亚铁铵等还原剂还原成硅钼蓝,在一定浓度范围内,蓝色深浅与硅含量成正比,从而可进行比色测定。

3.2 试剂

3.2.1 pH4.0 HOAc-NaOAc 缓冲液:49.2 mL 冰 HOAc(分析纯),加 14.0 g NaOAc(分析纯),用水溶解,稀释至 1 L。用 1 mol/L HOAc 及 1 mol/L NaOH 调节至 pH4.0。

3.2.2 0.6 mol/L $\frac{1}{2}$ H₂SO₄:16.6 mL 浓 H₂SO₄(分析纯)缓缓加到 800 mL 水中,稀释至 1 L。

3.2.3 6 mol/L $\frac{1}{2}$ H₂SO₄:166 mL 浓 H₂SO₄(分析纯)缓缓加到 800 mL 水中,稀释至 1 L。

3.2.4 50 g/L 钼酸铵溶液:50 g 钼酸铵[(NH₄)₆Mo₇O₂₄·4H₂O,分析纯]溶于 1 L 水中。

3.2.5 50 g/L 草酸溶液:50 g 草酸(H₂C₂O₄·2H₂O,分析纯)溶于 1 L 水中。

3.2.6 50 g/L 硫酸亚铁铵溶液:5 g 硫酸亚铁铵[(NH₄)₂SO₄·FeSO₄·6H₂O,分析纯]溶于 100 mL 6 mol/L $\frac{1}{2}$ H₂SO₄ 溶液中,随用随配。

3.2.7 SiO₂ 标准溶液:称取 105℃ 烘干的纯石英(SiO₂,光谱纯)0.500 0 g,放于铂坩埚中与 8 倍量的无水 Na₂CO₃ 混匀,加盖后放于 920℃ 高温电炉中熔融半小时,取出。熔块用热水溶解,并洗入 500 mL 容量瓶中,定容后立即倒入塑料瓶中贮存,此为 1 000 μg/mL SiO₂ 标准溶液。再用此母液配成 50 μg/mL SiO₂ 标准液备用。

3.3 主要仪器

分光光度计;恒温箱。

3.4 测定步骤

3.4.1 待测液的制备:称取风干土样(过 2 mm 筛)10.00 g 于 250 mL 塑料瓶或三角瓶中,加入 100 mL HOAc 缓冲液,塞好瓶塞,摇匀,放于预先调节至 40℃ 的保温箱中保温平衡 5 h,每隔 1 h 摇动一次。取出,用干滤纸过滤,滤液盛于干的三角瓶中,弃去初滤液。

3.4.2 比色测定:取滤液 5 mL(使含 SiO_2 25~50 μg)于 50 mL 容量瓶中,用水稀释至 15 mL 左右,依次加 0.6 mol/L $\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4$ 5 mL,50 g/L 钼酸铵 5 mL,摇匀后放置 10 min。再依次加入 50 g/L 草酸液 5 mL,50 g/L 硫酸亚铁铵 5 mL,用水定容。放置 20 min 后,在分光光度计上用 700 nm 波长和 1 cm 比色槽比色。

3.4.3 工作曲线的绘制:在比色测定的同时,分别吸取 50 $\mu\text{g}/\text{mL}$ SiO_2 标准溶液 0,0.5,1,2,3,4,5 mL 于 50 mL 容量瓶中,用水稀释至约 15 mL 后,按上述步骤显色和比色测定,用半对数纸绘制出 0~5 $\mu\text{g}/\text{mL}$ SiO_2 的工作曲线。

3.5 结果计算

$$W_{\text{SiO}_2} = \frac{c \times V \times t_s}{m} \quad \dots\dots\dots(1)$$

$$W_{\text{Si}} = W_{\text{SiO}_2} \times 0.4674 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: W_{SiO_2} ——有效 SiO_2 含量,mg/kg;

W_{Si} ——有效 Si 含量,mg/kg;

c ——从标准曲线上查得 SiO_2 的浓度, $\mu\text{g}/\text{mL}$;

V ——显色液体积,50 mL;

t_s ——分取倍数 [$t_s = \text{加入浸提剂的体积}(\text{mL}) / \text{吸取浸提液体积}(\text{mL})$];

m ——称取土样质量,g。

3.6 允许偏差

按 LY/T 1258—1999 中第 7 章的规定。

注

- 1 酸度对硅钼黄及硅钼蓝的生成和稳定时间有影响。在 0.06~0.35 mol/L 酸度范围内,硅钼黄颜色较稳定,0.5 mol/L 以上时结果偏低。还原成硅钼蓝后,在酸度为 0.6~0.9 mol/L 时颜色比较稳定。因此,按照本方法测定时,生成硅钼黄时的酸度约在 0.1~0.2 mol/L,后者则约在 0.6~1.0 mol/L 酸度条件下显色。
- 2 SiO_2 标准溶液必须以碱性溶液保存在塑料瓶中。若以中性溶液贮存,硅的浓度将会随着时间的延长而逐渐降低。
- 3 浸提温度和时间对浸出硅的量有很大影响。要求浸提温度稳定在 $40^\circ\text{C} \pm (1\sim 2)^\circ\text{C}$ 。如温度不准或不稳定,应重做。
- 4 生成硅钼黄的稳定时间受温度影响很大。因此从加入钼酸铵到加入草酸之间的时间间距应视温度而定。一般说,在室温为 20°C 左右时,时间间距应为 10 min;在 15°C 以下时,需放置 15~20 min;而在 30°C 以上时,不应超过 5 min。

4 柠檬酸浸提-硅钼蓝比色法

4.1 方法要点

除浸提剂用 0.025 mol/L 柠檬酸和浸提温度为 30°C 外,其余同 3.1。

4.2 试剂

4.2.1 0.025 mol/L 柠檬酸溶液:5.25 g 柠檬酸($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$,分析纯)溶于 1 L 水中。

4.2.2 其余试剂同 3.2。

4.3 主要仪器

同 3.3。

4.4 测定步骤

4.4.1 称取风干土样(通过 2 mm 筛)10.00 g 于 250 mL 塑料瓶或三角瓶中,加 0.025 mol/L 柠檬酸溶液 100 mL,塞好瓶塞,摇匀,放于预先调节至 30℃ 的恒温箱中 5 h,每隔 1 h 摇动一次,取出后用干滤纸过滤。

4.4.2 取滤液 1~5 mL(使含 SiO₂ 在 25~250 μg 范围内)于 50 mL 容量瓶中,以后的步骤同 3.4.2, 3.4.3。

4.5 结果计算

同 3.5。

4.6 允许偏差

按 LY/T 1258—1999 中第 7 章的规定。

注

- 1 像 HOAc 缓冲液法一样,浸提温度和时间对浸出量影响很大。本法要求浸提温度恒定在 30℃ ± (1~2)℃。
- 2 结果评价不同浸提剂浸出土壤硅的数量差别较大。对于我国南方水稻土来说,用 pH4.0 HOAc 缓冲液法时,浸出量多在 30~300 mg/kg SiO₂,0.025 mol/L 柠檬酸法一般可浸提出 80~500 mg/kg SiO₂。因此,预示硅肥能否增产的临界指标也应不同。根据 50 余块田间试验结果来看,若用 pH4.0 HOAc 缓冲液法测得的结果低于 50 mg/kg 时,硅肥对水稻的增产效果往往比较显著;若高于 100 mg/kg,除有机质含量很高的泥炭土或其他性质较特殊的土壤外,硅肥效果往往不明显。而 0.025 mol/L 柠檬酸法的对应数值分别为 120 和 200 mg/kg。此外,气候条件、病虫害、氮肥用量、土壤有机质含量及水稻品种等条件都可能影响硅肥的效果。因此,在确定硅肥是否需要施用,除必须考虑土壤有效硅水平外,还应考虑其他有关因子。
- 3 pH4.0 HOAc 缓冲液法是较早提出且运用较广的方法,但因其难以溶解铁包膜,对砖红壤和红壤等铁质土的有效硅浸提能力,与对中性石灰性土壤的有效硅浸提能力似略有差异;因此对性质不同的土壤应该有其不同的临界指标。而柠檬酸法对酸性、中性及微碱性土壤具有较为一致的浸提能力,且浸出量也更接近于一季水稻的吸硅量,所以值得提倡。此外,0.02 mol/L $\frac{1}{2}$ H₂SO₄ 法原是 Fox 倡导用于红壤区甘蔗田,同时测定硅和磷两种养分的较好方法,经与其他方法比较,认为同样适用于红壤区的水稻田这两种养分的测定。但土壤有效磷已选定其他较好的方法。故这里只介绍 pH4.0 HOAc 缓冲法和 0.025 mol/L 柠檬酸法。