

## F-HZ-DZ-TR-0155

### 土壤—非晶质氧化硅的测定—光度法

#### 1 范围

本方法适用于土壤非晶质氧化硅的测定。

#### 2 原理

土壤中的非晶质氧化硅以蛋白石为主，也包括氧化硅的水凝胶和干凝胶等，广泛存在于各种土壤中。非晶质氧化硅活性较高，具有一定的羟基化表面，在  $\text{pH} > 3.5$  时，可以吸附阳离子和极性物质，也能接受带氢键的基和带正电荷的溶胶，还能明显影响土壤的物理性质，改善土壤的持水性能，因此非晶质氧化硅分析对了解土壤的理化性状有较大作用。非晶质氧化硅广泛采用热碱溶提取法，以  $0.5\text{mol/L}$  氢氧化钠溶液为提取液，加热提取  $2.5\text{min}$ ，由于非晶质氧化硅具有较大的比表面，在碱溶液中的溶解速率很快，而层状硅酸盐矿物的溶解度是很低的。但加热煮沸时间必须严格控制，否则会引起过多晶体矿物的溶解。提取液以硅钼蓝光度法测定非晶质氧化硅，提取液也可同时测定非晶质氧化铝。

#### 3 试剂

3.1 氢氧化钠溶液： $0.5\text{mol/L}$  称取  $20\text{g}$  氢氧化钠，溶于水，再加水稀释至  $1000\text{mL}$ 。

3.2 饱和氯化钠溶液：称取  $40\text{g}$  氯化钠，加入  $100\text{mL}$  水，充分搅拌后，静置，取上部澄清溶液。

3.3 硅标准溶液：称取  $0.1068\text{g}$  纯石英（精确至  $0.0001\text{g}$ ）置于铂坩埚中，加入  $0.75\text{g}$  无水碳酸钠，混匀，再在上面复盖  $0.25\text{g}$  无水碳酸钠。将铂坩埚置于高温炉中，在  $1000^\circ\text{C}$  熔融  $15\text{min}$ 。取出冷却，熔块用水提取溶解后，移入  $1000\text{mL}$  容量瓶，加水稀释至刻度，摇匀。此溶液  $1\text{mL}$  含  $50\mu\text{g}$  硅，溶液移入塑料瓶中保存。再稀释成  $1\text{mL}$  含  $10\mu\text{g}$  硅标准溶液，溶液同样移入塑料瓶中保存。

3.4 钼酸铵溶液：称取  $50\text{g}$  钼酸铵溶于  $800\text{mL}$  水中，用  $0.5\text{mol/L}$  氢氧化钠溶液调至  $\text{pH}7.0$ ，再加水稀释至  $1000\text{mL}$ 。

3.5 还原剂溶液：称取  $25\text{g}$  重亚硫酸钠 ( $\text{NaHSO}_3$ ) 溶于  $200\text{mL}$  水中。另称取  $2\text{g}$  无水亚硫酸钠 ( $\text{Na}_2\text{SO}_3$ ) 和  $0.4\text{g}$  氨基萘酚磺酸溶于  $25\text{mL}$  水中。然后将两溶液混合，再加水稀释至  $250\text{mL}$ 。低温保存，有效期约一个月。

3.6 酒石酸溶液：称取  $20\text{g}$  酒石酸，溶于  $100\text{mL}$  水中。

3.7 盐酸： $1\text{mol/L}$ ，取  $41.5\text{mL}$  盐酸 ( $\rho 1.19\text{g/mL}$ )，加水稀释至  $500\text{mL}$ 。

3.8 硫酸： $1\text{mol/L}$ ，取  $27.7\text{mL}$  硫酸 ( $\rho 1.84\text{g/mL}$ )，缓缓倒入  $800\text{mL}$  水中，再加水稀释至  $1000\text{mL}$ 。

#### 4 仪器

4.1 离心机，最大转速  $5000\text{r/min}$ ，附  $100\text{mL}$  离心管

4.2 不锈钢蒸发皿。

4.3 分光光度计。

4.4 容量瓶， $250\text{mL}$ 、 $100\text{mL}$ 、 $50\text{mL}$ 。

#### 5 操作步骤

5.1 称取  $2.0000\text{g}$  (精确至  $0.0001\text{g}$ ) 通过  $0.25\text{mm}$  筛孔的风干土样 (粘粒称取  $0.1000\text{g}$ ) 置于不锈钢蒸发皿中，先加几滴氢氧化钠溶液，用带橡皮头的玻棒搅成糊状，再加入预先在不锈钢蒸发皿中煮沸的  $100\text{mL}$  氢氧化钠溶液 (粘粒土样加  $50\text{mL}$ )，加盖迅速加热煮沸并保持  $2.5\text{min}$ ，总的加热

时间控制在 5min 以内。立即取下不锈钢蒸发皿，放在冷水浴中迅速冷却至室温。同时作空白试验。

5.2 将不锈钢蒸发皿中的提取物洗入离心管中离心分离（2000r/min~3000r/min），澄清液倾入 250mL 容量瓶中。离心管中的残渣用水（加 10 滴饱和氯化钠溶液以防止分散）洗涤 1 次~2 次，再离心，将澄清液并入 250mL 容量瓶中，再加水稀释至刻度，摇匀。吸取 25mL 置于 100mL 容量中，加入 5mL 1mol/L 盐酸，加水稀释至刻度，摇匀。溶液作非晶质氧化硅测定用，也可同时作非晶质氧化铝测定用。

5.3 吸取一定量提取液置于 50mL 容量瓶中（硅量较低的土样，可直接从 250mL 容量瓶中吸取提取液），加入 10mL 1mol/L 硫酸，再加 10mL 钼酸铵溶液，混匀。放置 2min 后，加 5mL 酒石酸溶液，摇匀。再加 1mL 还原剂溶液，摇匀，加水稀释至刻度，摇匀。放置 30min 后，在分光光度计上，于 650nm 波长处，用 1cm 吸收皿测定吸光度，从工作曲线上查得相应的硅量。

5.4 分别取 0、20、40、60、80、100  $\mu$ g 硅标准溶液置于 50mL 容量瓶中，按 5.3 操作步骤操作，绘制工作曲线。

注 1：待测液不宜放置过久，应尽快测定，以免放置过久后形成硅酸铝，使测定结果偏低。

注 2：用氢氧化钠溶液加热煮沸提取时间应控制在 2.5min，以减少对层状晶体矿物的溶蚀。

## 6 结果计算

按下式计算土壤非晶质氧化硅含量：

$$W(\text{SiO}_2) = \frac{m_1 \times t \times 2.1393}{m \times k \times 10^3} \times 1000$$

式中： $W(\text{SiO}_2)$ —非晶质氧化硅含量，mg/kg；

$m_1$ —在工作曲线上查得硅量， $\mu$ g；

$t$ —分取倍数（待测液体积 1000mL/吸取待测液体积 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；

2.1393—硅换算成二氧化硅的系数。

## 7 允许差

样品进行两份平行测定，取其算术平均值，取一位小数（小于 1mg/kg，取二位小数）。两份平行测定结果允许差按表 1 规定。

表 1 非晶质氧化硅测定允许差

非晶质氧化硅量 (mg/kg)	允许差 (mg/kg)
100~300	5~15
10~100	0.5~5
1~10	0.05~0.5
0.2~1	0.02~0.05
0.1~0.2	0.01~0.02
< 0.1	< 0.01

## 8 参考文献

[1] 鲁如坤·土壤农业化学分析方法·北京：中国农业科技出版社·2000，69·