

柠檬酸浸提 - ICP-OES 法测定土壤中有有效硅的含量

ICP-185

摘要： 本文参考《土壤中有有效硅的测定 柠檬酸浸提 - 电感耦合等离子体发射光谱法》（DB63/T 1823-2020），使用岛津电感耦合等离子体发射光谱仪 ICPE-9820 建立了柠檬酸浸提测定土壤中有有效硅含量的方法。实验结果表明，该方法标准曲线线性良好，检出限低，准确度高，重复性好，适用于土壤中有有效硅含量的测定。

关键词： ICP-OES 土壤 有效硅

技术特点：

- ❖ 使用 Mini 炬管，相比标准炬管减少 40% 氩气成本消耗。
- ❖ 相比传统比色法，操作简单，灵敏度好，准确度高。

2022 年 2 月，国务院印发《关于开展第三次全国土壤普查的通知》，决定自 2022 年起开展第三次全国土壤普查，土壤中有有效硅的含量是土壤普查的主要指标之一。

硅 (Si) 是土壤的基本成分，土壤中能被植物吸收的单硅酸 $\text{Si}(\text{OH})_4$ 或 H_2SiO_4 ，常以溶液态、吸持态、聚合态和晶格束缚态存在。其中只有溶液态能被植物直接吸收利用。土壤有效硅含量通常被作为衡量土壤供硅能力的指标。有效硅含量高的土壤，除可以满足植物对硅的需求外，还能提高农作物的抗逆性与抗病虫害能力，并可最大限度降低土壤中磷的固定，对土壤中的磷起到活化作用，有效改善高磷肥的利用效果。因此，对土壤中

的有效态硅元素进行准确测定对于评价土壤质量具有重要意义。

浸提剂的酸度不同，对含硅化合物的溶解能力和对土壤矿物硅氧键的破坏能力不同，因此在土壤有效硅的提取能力上会出现较大的差别。柠檬酸主要应用于酸性、中性以及微碱性土壤中，且浸提能力一致，浸出量也更加贴近植物的吸硅量，因此得到了十分广泛的应用。

本文参考标准《土壤中有有效硅的测定 柠檬酸浸提 - 电感耦合等离子体发射光谱法》（DB63/T 1823-2020），使用柠檬酸溶液浸提，岛津 ICPE-9820 型电感耦合等离子体发射光谱仪测定土壤有效硅的含量，方法准确可靠，可为土壤质量评价提供帮助。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPE-9820 型电感耦合等离子体发射光谱仪



图 1 岛津 ICPE-9820 型电感耦合等离子体发射光谱仪

1.2 分析条件

仪器分析条件见表 1。

表 1 仪器分析条件

仪器参数	设定值	仪器参数	设定值
高频功率	1.20 kW	等离子体气流速	10.0 L/min
辅助气流速	0.60 L/min	载气流速	0.70 L/min
炬管类型	Mini 炬管	雾化器类型	同心雾化器
雾化室	旋流雾室	高频频率	27.12 MHz

1.3 样品前处理

称取 5.0 g (精确至 0.0001 g) 样品置于锥形瓶中, 加入 50 mL 0.025 mol/L 柠檬酸浸提液, 盖好瓶塞, 摇匀, 在 30°C 下置于恒温振荡器中, 每隔 1 h 震荡 10 min, 5 h 后取出, 用中速定量滤纸过滤到 50 mL 塑料离心管中, 混匀后用浸提液稀释 10 倍后待测。同法制备空白溶液。

■ 结果与讨论

2.1 标准曲线和轮廓图

使用 0.025 mol/L 柠檬酸浸提液配制系列浓度为 0.00 mg/L、2.50 mg/L、5.00 mg/L、10.00 mg/L、25.00 mg/L、50.00 mg/L 的硅元素标准溶液, 标准曲线见图 2, 谱峰轮廓见图 3。

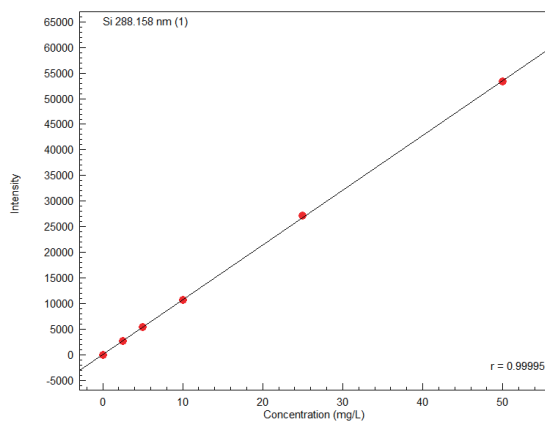


图 2 硅 (Si) 元素标准曲线

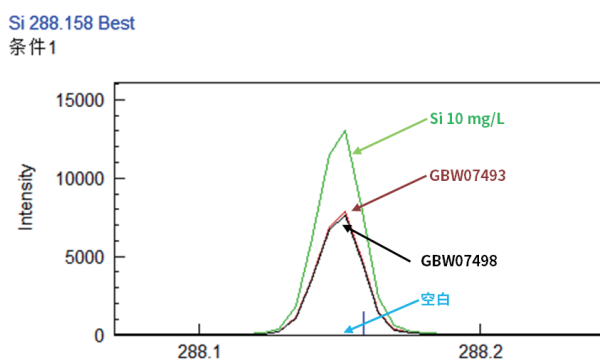


图 3 硅 (Si) 元素谱峰轮廓图

2.2 检出限

使用样品空白溶液测定 7 次, 分别以浓度的 3 倍和 10 倍标准偏差 (SD) 计算检出限和定量限。按土壤样品称量 5.0 g, 浸提液为 50 mL, 计算方法检出限和定量限, 结果见下表 2 所示。

表 2 仪器检出限及定量限

元素	观测方向	方法检出限 (mg/kg)	方法定量限 (mg/kg)	标准规定 方法检出限 (mg/kg)
Si	轴向	0.04	0.12	0.08

2.3 样品测试结果

分别对土壤有效态成分分析标准物质 GBW07493 和 GBW07498 进行测定，样品有效硅含量的分析结果见表 3。

表 3 样品测试结果

样品	标准值 (mg/kg)	测定值 (mg/L)	测定结果 (mg/kg)	RSD (%, n=3)	加标量 (mg/L)	加标回收率 (%)
GBW07493	603±22	5.93	593	0.42	5.00	93
GBW07498	601±29	5.80	580	0.70	5.00	94

■ 结论

本文参考标准《土壤中有有效硅的测定 柠檬酸浸提 - 电感耦合等离子体发射光谱法》(DB63/T 1823-2020)，利用岛津公司 ICPE-9820 型电感耦合等离子体发射光谱仪建立了测定土壤有效硅含量的方法。结果显示：方法线性良好 ($r \geq 0.9999$)，标准物质样品测试结果与标准值吻合，测定精密度好 ($RSD < 0.70\%$)，准确度高，满足土壤有效硅含量测定要求。

岛津应用云

