

# 团 体 标 准

T/GDNB XXXX—2026

## 土壤全硅的测定 石墨粉坩埚碱熔-电感耦合等离子体发射光 谱法

Determination of total silicon in soil--Graphite powder crucible alkali  
fusion-- Inductively coupled plasma optical emission spectroscopy

(征求意见稿)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

广东省农业标准化协会 发布



## 前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本文件由广东省农业科学院农业质量标准与监测技术研究所提出。

本文件由广东省农业标准化技术委员会归口。

本文件起草单位：广东省农业科学院农业质量标准与监测技术研究所、农业农村部农产品及加工品质量检验检测中心（广州）、广东省农业标准化协会、广东农科监测科技有限公司、广东生态工程职业学院、广东农环检验检测有限公司、广东安纳检测技术有限公司、广东实朴检测服务有限公司、核工业二九〇研究所、中国热带农业科学院农产品加工研究所。

本文件起草人：陈勇、文典、赵沛华、杜瑞英、黄永东、李梅霞、卢燕湘、陈楚国、郑嘉裕、李蕾、陈永坚、彭锦芬、杨慧、贾重建、陈焯文、孔令鹏、韩瑾、陈锡辉、田晓照、潘晓威。

# 土壤全硅的测定

## 石墨粉坩埚碱熔-电感耦合等离子体发射光谱法

### 1 适用范围

本文件适用于各类土壤全硅的测定。

当取样量为0.1g，定容体积250mL，方法检出限（SiO<sub>2</sub>计）为0.07%。

### 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB 17378.3 海洋监测规范 第3部分：样品采集、贮存与运输

GB 17378.5 海洋监测规范 第5部分：沉积物分析

HJ 613 土壤 干物质和水分的测定 重量法

HJ/T 166 土壤环境监测技术规范

HJ 974 土壤和沉积物11种元素的测定 碱熔-电感耦合等离子体发射光谱法

### 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

### 4 方法原理

样品与碱性熔剂熔融，熔融物经酸完全溶解后，液体样品经雾化器转化为气溶胶，通过载气（氩气）进入等离子体。气溶胶在高温下依次经历干燥、蒸发、解离、原子化，原子外层电子吸收能量跃迁至激发态，激发态电子返回基态时，释放特定波长的光（特征谱线），在一定浓度范围内，其特征谱线的强度与硅的浓度成正比，结合标准曲线或内标法进行定量。

### 5 主要仪器设备

5.1 电感耦合等离子体发射光谱仪：带特氟龙进样系统。

5.2 带柄陶瓷坩埚：1000mL。

5.3 马弗炉：最高温度可达到 1200℃。

5.4 塑料烧杯：250mL。

5.5 陶瓷（或刚玉）坩埚：30mL。

5.6 塑料离心管：50mL。

5.7 分析天平：感量 0.0001g。

5.8 称量纸：75×75mm。

5.9 塑料容量瓶：250mL。

5.10 超声清洗仪。

5.11 尼龙筛：0.149 mm（100目）。

5.12 一般实验室常用的仪器和设备。

5.13 四层坩埚架：见图 1。

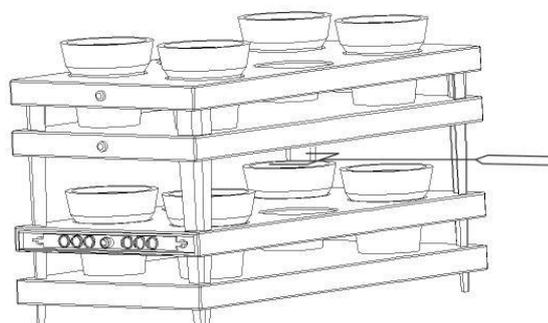


图 1 四层坩埚架

## 6 试剂

本试验方法所用试剂和水，除特殊注明外，均指分析纯试剂和GB/T 6682中规定的一级水。所述溶液未指明溶剂，均系水溶液。试验中所需试剂及制品，在没有其他要求时均按GB/T 601、GB/T 603的规定制备。

6.1 石墨粉

6.2 硝酸[ $\rho(\text{H}_2\text{NO}_3)=1.42 \text{ g/mL}$ ]。

6.3 碳酸钠 ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ )

6.4 偏硼酸锂 ( $\text{LiBO}_2$ )

6.5 四硼酸锂 ( $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ )

6.6 硝酸溶液：1+4，取 200mL 浓硝酸（6.2），用超纯水定容至 1000mL。

6.7 硝酸溶液：1+49，取 20mL（6.2），用超纯水定容至 1000mL。

6.8 混合熔剂配制：分别按照比例 10：4：1 称取碳酸钠（6.3）、偏硼酸锂（6.4）、四硼酸锂（6.5）配制成混合熔剂，置于 500mL 塑料瓶中，加盖后用力摇晃，充分混匀，待用。

6.9 硅标准贮备液： $\rho=1000\text{mg/L}$ ，购买市售有证标准溶液。

6.10 硅标准工作液：200mg/L，移取硅标准贮备液（6.9）10mL 于 50mL 容量瓶中，用纯水定容。

6.11 内标贮备液： $\rho=1000\text{mg/L}$ 。选用铑 ( $\text{Rh}^{103}$ ) 为内标元素，购买市售有证标准溶液。

6.12 内标工作液： $\rho=2.5\text{mg/L}$ 。移取内标贮备液（6.11）0.50 mL 于 200mL 容量瓶中，用纯水定容。

6.13 氩气：纯度 $\geq 99.999\%$ 。

6.14 石墨粉制备：石墨粉（6.1）置于带柄陶瓷坩埚（5.2）中，放入马弗炉（5.3），设置温度 1050℃，恒温时间 30 min，高温灼烧去除杂质。恒温结束后待马弗炉降温后取出石墨粉，降至室温后装入自封袋密封，备用。光谱纯石墨粉可省略此步骤。

## 7 样品

### 7.1 样品采集和保存

按照 HJ/T 166 的相关规定进行土壤的采集和保存；按照 GB 17378.3 的相关规定进行海洋沉积物样品的采集和保存；按照 HJ494 的相关规定进行水体沉积物样品的采集。

### 7.2 样品的制备

除去样品的异物（枝棒、叶片、石子等），按照 HJ/T166 和 GB 17378.5 的要求，将采集的样品进行风干、粗磨、细磨，过尼龙筛（5.11），备用。

### 7.3 水分的测定

在制备试样的同时，进行水分的测定。土壤样品干物质含量的测定按照 HJ613 执行，沉积物样品含水率的测定按照 GB17378.5 执行。

## 7.4 试样的制备

### 7.4.1 石墨粉坩埚制作

将石墨粉（7.1）装入塑料烧杯（5.4）中，重复填充压实，倒扣陶瓷坩埚（5.5）于石墨粉上面，双手用力压下坩埚直至底部，然后用不锈钢勺子挖出坩埚，使用圆底光滑的塑料离心管（5.6）缓缓在石墨粉中压出一个光滑的凹面，如不平整，重新填充石墨粉压制。

### 7.4.2 样品称量

用分析天平（5.7）称取 0.6 g 熔剂（6.8）于称量纸（5.8）上，接着在熔剂上称取过 0.149mm 筛的土壤 0.09 g-0.1 g（精确至 0.0001 g），双手抓住称量纸对角前后左右摆动将土壤与熔剂充分搅匀。小心包好，将纸团放在坩埚石墨凹坑中。

### 7.4.3 加热熔融

将坩埚放入马弗炉中（5.3），可使用四层坩埚架（5.13），按顺序码放样品，然后使用送样叉将坩埚架整体送入马弗炉。设置温度为 1050℃，恒温加热 40 min。熔融结束稍等温度下降，将坩埚取出冷却 5 min，熔融物凝结成小球状（熔球）。

### 7.4.4 待测溶液的制备

用不锈钢镊子夹起熔球投入装有约 80mL 热水的 250mL 容量瓶中（5.9），之后用不锈钢勺，勺取熔球接触过底部和周边的石墨粉，一并转移到容量瓶中，再用少量热水冲下黏附在容量瓶口的石墨粉，充分摇匀，再加入 50 mL 硝酸溶液（6.6），接着将容量瓶放入固定架置于超声清洗仪（5.10）中加热超声至完全溶解，然后慢慢倾斜容量瓶，观察底部是否有块状物质或沉淀，如有，继续超声直至完全复溶，取出容量瓶，用超纯水定容到刻度，摇匀，静置 1 h~2 h，待石墨粉沉淀后，立即吸取上清液，用纯水稀释 10 倍，待测。

注 1：应在凝结成小球后 30 min 内转移熔球至容量瓶，以免碱熔物受潮影响下一步夹取。

注 2：熔球先用热水溶之后，再加酸，立即超声至完全复溶，防止表面硅酸盐在酸性条件下生成硅酸沉淀包裹熔球。

另外，定容后的溶液也不宜静置过久，防止硅酸盐在酸性条件下析出。

## 7.5 空白试样的制备

不加样品，按照与试样的制备（7.4）相同的步骤进行空白试样的制备。

## 8 分析步骤

### 8.1 仪器参考条件

不同型号的仪器最佳测试条件不同，根据仪器说明书要求优化测试条件，本方法仪器参考测试条件见表 1

表 1 仪器参考测试条件

元素	波长 (nm)	功率 (W)	冷却气	载气	辅助气	等离子 体观测	垂直观测 高度 (mm)	内标铍
			L/min					波长 343.489
Si	251.611	1150	12.5	0.65	0.5	垂直	10	选用

### 8.2 标准曲线的建立

分别移取一定体积的硅标准工作液（6.10）到 50mL 容量瓶中，同时加入 5mL 空白试样（7.5）作为基体匹配液并定容至标线，配制能够覆盖样品浓度的至少 5 个点（不包括空白），标准曲线系列溶液的参考浓度范围见表 2。

内标工作液以 2.5 mg/L 铍（6.12）为内标，通过蠕动泵自动加入，也可以不使用内标直接进样测定。

由低浓度到高浓度依次进样，按照仪器参考测试条件（8.1）测量发射强度，以标准系列溶液中硅质量浓度为横坐标，硅与内标发射强度比值为纵坐标，建立硅的标准曲线。

表2 标准曲线配制

内容	单位	Std 1	Std 2	Std 3	Std 4	Std 5	Std 6	Std 7
硅工作曲线浓度	mg/L	0.0	2.00	4.00	8.00	12.00	16.00	20.00
硅标准工作液（6.10）体积	mL	0.00	0.50	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00

### 8.3 试样测定

按照与标准曲线建立（8.2）相同仪器分析条件进行试样（7.4）的测定

### 8.4 空白试样

按照与试样测定（8.3）相同仪器分析条件进行空白试样（7.5）的测定

## 9 结果计算与表示

### 9.1 结果计算

土壤全硅（Si）的含量 $\omega$ （%）计算公式：

$$\omega = \frac{(\rho_x \times f - \rho_0) \times V}{m \times (1 - \theta) \times 10^6} \times 100$$

式中：

$\omega$ ---土壤全硅的含量 $\omega$ ，%

$\rho_x$ ---试样中待测元素浓度，mg/L

$\rho_0$ ---空白试样中待测元素浓度，mg/L

$V$ ---试样定容体积，mL

$f$ ---稀释倍数

$m$ ---风干土质量，g

$\theta$ ---土壤风干基水分，%

### 9.2 结果表示

平行测定结果用算术平均值表示，保留3位有效数字。

## 10 质量保证和质量控制

### 9.1 空白试验

每批次样品须做两个空白，所测元素的空白值应低于方法测定下限

### 9.2 校准

每次分析应建立标准曲线，标准曲线的相关系数应 $\geq 0.999$ ，每20个样品或每批次（少于20个样品/批）应分析一个标准曲线中间浓度点标准溶液，其测定结果与该点浓度值的相对误差应在 $\pm 10\%$ 以内，否则应重新绘制标准曲线。

### 9.3 平行样

每20个样品或每批次（少于20个样品/批）至少分析一个平行样，平行样测定结果的相对偏差应 $\leq 5\%$

### 9.4 准确度

使用有证标准物质：每20个样品或每批次（少于20个样品/批）至少分析一个标准物质，结果按1.5倍不确定度判断。

---