



中华人民共和国国家标准

GB/T XXXXX—XXXX

土壤硅的测定

Determination of silicon content of soil

征求意见稿

(本草案完成时间：2026.03.11)

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

目 次

前 言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 土壤全硅的测定：碱熔-电感耦合等离子体发射光谱法	1
4.1 方法原理	1
4.2 试剂或材料	1
4.3 仪器设备	2
4.4 样品	2
4.5 试验步骤	3
4.6 结果的计算与表达	3
4.7 检出限和定量限	4
4.8 质量保证和控制	4
5 土壤有效硅的测定：柠檬酸浸提-硅钼蓝比色法	5
5.1 方法原理	5
5.2 试剂或材料	5
5.3 仪器设备	5
5.4 样品	6
5.5 试验步骤	6
5.6 结果的计算与表达	6
5.7 检出限和定量限	7
5.8 质量保证和控制	7
6 试验报告	7
附 录 A （资料性） 标准溶液系列参考浓度表	8
附 录 B （资料性） 电感耦合等离子体发射光谱仪参数设置参考表	9

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。

本文件由全国土壤质量标准化技术委员会提出。

本文件由全国土壤质量标准化技术委员会归口。

本文件起草单位：中国科学院南京土壤研究所 等

本文件主要起草人：

土壤硅的测定

1 范围

本文件描述了碱熔-电感耦合等离子体发射光谱法测定土壤全硅的方法。

本文件描述了柠檬酸浸提-硅钼蓝比色法测定土壤有效硅的方法。

本文件适用于土壤全硅和有效硅的测定。

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 15000.3 标准样品工作导则 第3部分：标准样品 定值和均匀性与稳定性评估

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 27417 合格评定 化学分析方法确认和验证指南

GB/T 37885 化学试剂 分类

GB/T 42363 土壤质量 土壤理化分析样品的预处理

GB/T XXXXX 土壤干物质和水分含量的测定 重量法

HJ/T 166 土壤环境监测技术规范

NY/T 1121.1 土壤检测 第1部分：土壤样品的采集、处理和贮存

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 土壤全硅的测定：碱熔-电感耦合等离子体发射光谱法

4.1 方法原理

土壤用碱性熔剂在高温下熔融，熔融物经酸溶解后制备成待测溶液，采用电感耦合等离子体发射光谱仪对硅元素进行检测。硅元素在等离子炬中被气化、电离、激发并辐射出特征谱线，在一定浓度范围内，其特征谱线的强度与元素浓度呈正比。

4.2 试剂或材料

除非另有说明，使用符合GB/T 37885的分析纯（含分析纯）以上试剂。实验室用水应不低于GB/T 6682规定的三级水要求。

4.2.1 碳酸钠： $\rho(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 2.53 \text{ g/mL}$ 。

4.2.2 四硼酸锂： $\rho(\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7) \geq 0.25 \text{ g/mL}$ 。

4.2.3 偏硼酸锂： $\rho(\text{LiBO}_2) = 1.39 \text{ g/mL}$ 。

- 4.2.4 碳酸锂： $\rho(\text{Li}_2\text{CO}_3) = 2.1 \text{ g/mL}$ 。
- 4.2.5 硼酸： $\rho(\text{H}_3\text{BO}_3) = 1.435 \text{ g/mL}$ 。
- 4.2.6 碱性混合熔剂：碱熔剂 A，0.75 g，按照 10:1:4 的质量比称取碳酸钠(4.2.1)、四硼酸锂(4.2.2)、偏硼酸锂(4.2.3)混匀制成熔剂；碱熔剂 B，0.60 g，按照 1:2 的质量比称取碳酸锂(4.2.4)和硼酸(4.2.5)混匀制成熔剂。
- 4.2.7 石墨粉：光谱纯石墨粉。
- 4.2.8 硝酸： $\rho(\text{HNO}_3) = 1.42 \text{ g/mL}$ 。
- 4.2.9 盐酸： $\rho(\text{HCl}) = 1.19 \text{ g/mL}$ 。
- 4.2.10 硝酸溶液(1+1)：取 50 mL 硝酸(4.2.8)，缓慢加入 50 mL 水中，混匀。
- 4.2.11 硝酸溶液(1+2)：取 30 mL 硝酸(4.2.8)，缓慢加入 60 mL 水中，混匀。
- 4.2.12 硝酸溶液(1+24)：取 40 mL 硝酸(4.2.8)，缓慢加入 960 mL 水中，混匀。
- 4.2.13 盐酸溶液(1+1)：取 50 mL 盐酸(4.2.9)，缓慢加入 50 mL 水中，混匀。
- 4.2.14 基体匹配液：匹配液 A，称取 1.5 g 碱性混合熔剂 A(4.2.6)至烧杯中，用水润湿后加入 40 mL 硝酸(4.2.8)溶解，待溶液冷却后用水定容至 1L。匹配液 B，称取 1.2 g 碱性混合熔剂 B(4.2.6)至烧杯中，用水润湿后加入 40 mL 硝酸(4.2.8)溶解，待溶液冷却后用水定容至 1L。
- 4.2.15 硅标准溶液 $[\rho(\text{Si}) = 1000 \text{ mg/L}]$ ：采用单元素标准物质，符合 GB/T 15000.3 的要求。
- 4.2.16 硅标准工作溶液：分别移取一定体积的标准溶液(4.2.15)到 100 mL 容量瓶中，并用基体匹配液(4.2.14)稀释定容至标线，配制能够覆盖待测土壤样品浓度范围，至少 5 个浓度点的标准系列溶液。
- 4.2.17 铑内标贮备液 $[\rho(\text{Rh}) = 1000 \text{ mg/L}]$ ：采用单元素内标标准物质，符合 GB/T 15000.3 的要求。
- 4.2.18 氩气： $\varphi(\text{Ar})$ 不小于 99.995%。

4.3 仪器设备

- 4.3.1 电感耦合等离子体发射光谱仪：配备耐高盐雾化器。
- 4.3.2 分析天平：感量 0.0001 g。
- 4.3.3 马弗炉：最高温度不低于 1200 °C，控温精度为 $\pm 1.5 \text{ }^\circ\text{C}$ 。
- 4.3.4 尼龙筛：孔径为 0.149 mm(100 目)。
- 4.3.5 铂金坩埚：30 mL。
- 4.3.6 瓷坩埚：30 mL。
- 4.3.7 石墨坩埚：9/9.5 mL，高热稳定性、高纯度。

注1：玻璃器皿和瓷坩埚应经(1+1)硝酸溶液(4.2.10)或(1+2)硝酸溶液(4.2.11)浸泡 24 h 以上，清洗后使用；

注2：铂金坩埚使用(1+1)(4.2.13)盐酸溶液煮沸清洗。

4.4 样品

按照NY/T 1121.1和GB/T 42363的要求采集、保存和预处理。

4.5 试验步骤

4.5.1 试样的制备

向铂金坩埚(4.3.5)底铺垫约0.50 g碱熔剂A(4.2.6),称取0.1 g(精确到 0.0001 g)过筛(4.3.4)的风干土样加入坩埚中,再放入剩下碱熔剂A,使其均匀铺在土壤的表面。将铂金坩埚置于马弗炉(4.3.3)中,升温至950 °C,保持30 min,停止加热。温度降低至约600 °C,用坩埚钳(4.3.4)夹出铂金坩埚后,加入10 mL水浸泡过夜,次日再用硝酸溶液(4.2.12)洗至500 mL容量瓶中,定容至刻度,摇匀、待测。

样品制备中,可选用瓷坩埚(4.3.6)和石墨坩埚(4.3.7)替代铂金坩埚(4.3.5)。具体试验操作步骤如下:称取过尼龙筛(4.3.4)的风干土样0.1 g(精确到 0.0001 g)与碱性混合熔剂A或B(4.2.6),置于称量纸上拌匀,再全部倒入 ϕ 9 cm 定量滤纸中,包裹成小团,放入外层套有瓷坩埚并以石墨粉垫底的石墨坩埚(底部加入石墨粉约2.5 g,并用玻棒整形成凹穴状)中。将整个瓷坩埚置于马弗炉中,升温至500 °C,打开炉门保持15 min后关闭炉门,升温至950 °C保持30 min,停止加热。温度降低至600 °C左右,用坩埚钳取出瓷坩埚,再用带铂金包头的镊子从石墨坩埚中将熔球夹出,放入盛有硝酸溶液(4.2.12)的烧杯中,40 °C、超声约20 min使熔球完全溶解。最后将溶液转移至500 mL容量瓶中,用硝酸溶液(4.2.12)定容至刻度,摇匀后再经 ϕ 15 cm定量中速滤纸过滤,待测。

注1:石墨坩埚制样时熔融物呈球状,应趁热放入硝酸溶液中,使其爆裂并立即不断搅动或超声溶解,否则表面生成氧化膜后很难溶解。

注2:碱性熔剂的用量可进行调整,例如含铁、铝较高的砖红壤和红壤可适当增大质量,并对应调整基体匹配溶液。

注3:试样(4.5.1)可用于钙、镁、铁、铝、钾、(钠)、钛、锰、钒、锶、钡、磷全量元素含量的分析。

4.5.2 空白试样的制备

除不加土壤外,按照相同的步骤(4.5.1)进行空白试样的制备。

4.5.3 校准曲线的绘制

分别移取一定体积的标准溶液(4.2.16)和内标贮备液(4.2.17),用与熔剂对应的基体匹配液(4.2.14)稀释,配制成标准溶液系列,其质量浓度及内标元素浓度见附录A中的表A.1,校准曲线的浓度范围可根据实际样品中的浓度情况进行调整。以待测元素的质量浓度为横坐标,待测元素与内标元素响应信号值的比值为纵坐标,绘制校准曲线。内标贮备液(4.2.17)可直接加入到标准系列中,也可通过蠕动泵自动加入。

4.5.4 电感耦合等离子体发射光谱仪参数设置

根据仪器说明书要求优化测试条件,仪器参考测试条件见附录B。

4.5.5 硅含量的测定

按照相同的测试条件(4.5.4)对试样(4.5.1)及空白试样(4.5.2)进行测定。

4.6 结果的计算与表达

4.6.1 结果计算

硅(以 SiO_2 计)含量的计算:

$$\omega = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times V}{m} \times 2.1393 \times 10^{-4} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

ω ——硅（以 SiO_2 计）的含量，%；

ρ_1 ——试样中硅元素的质量浓度，mg/L；

ρ_0 ——空白试样中硅元素的质量浓度，mg/L；

V ——样品的定容体积，500 mL；

m ——称取风干土样的质量，g；

2.1393——换算系数， SiO_2 的摩尔质量与 Si 的摩尔质量之比；

10^{-4} ——单位换算系数。

4.6.2 结果表示

平行测试结果用算术平均值表示。结果小数点后保留两位。

若结果以烘干基表示，按照 GB/T XXXXX-XXXX，将烘干基替换风干土壤样品质量，代入公式(1)计算即可。

4.7 检出限和定量限

称样量0.1000 g、定容体积500 mL时，测定土壤全硅的检出限和定量限分别为：0.10%、0.22%。

4.8 质量保证和控制

4.8.1 空白实验

每批样品中至少分析 2 个空白试样。空白试样的平均值应符合下列情况之一才能被认为是可接受：

——低于检出限；

——低于每一批样品最低测定值的 10%。

4.8.2 校准有效性检查

每次分析应建立校准曲线，校准曲线的相关系数应 ≥ 0.999 。

每 20 个样品应选用校准曲线的中间浓度标准溶液进行校准核查，其测定结果与校准曲线该点浓度的相对偏差不大于 5%，否则应重新绘制校准曲线。

4.8.3 精密度控制

每20个样品或每批次（少于20个样品/批）至少分析1个平行双样，平行样品测定结果的精密度应符合表1要求。

表 1 平行双样最大允许相对相差

全硅（以 SiO_2 计）含量 %	最大允许相对相差 %
≤ 65	4
> 65	2

4.8.4 正确度控制

每批样品至少分析1个有证标准样品/标准物质。或相对误差应小于2.5%。

5 土壤有效硅的测定：柠檬酸浸提-硅钼蓝比色法

5.1 方法原理

用柠檬酸浸提土壤样品，通过溶解、分离或交换土壤中的活性硅，使有效硅充分转移至待测液中。在一定酸度下与钼试剂生成硅钼酸，加入草酸掩蔽磷的干扰，硅钼酸被抗坏血酸还原成硅钼蓝，在一定范围内，待测液颜色的深浅与硅含量成正比，用比色法进行测定。

5.2 试剂或材料

除非另有说明，使用符合GB/T 37885的分析纯（含分析纯）以上试剂。实验室用水应不低于GB/T 6682规定的三级水要求。

5.2.1 柠檬酸溶液 $[c(\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7) = 0.025 \text{ mol/L}]$ ：称取无水柠檬酸 4.80 g 溶于水中，摇匀，用水定容至 1 L。

5.2.2 硫酸溶液 $[c(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4) = 0.6 \text{ mol/L}]$ ：16.6 mL 浓硫酸缓缓加到 800 mL 水中，摇匀，用水定容至 1 L。

5.2.3 硫酸溶液 $[c(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4) = 6 \text{ mol/L}]$ ：166 mL 浓硫酸缓缓加到 800 mL 水中，摇匀，用水定容至 1 L。

5.2.4 钼酸铵溶液 $[\rho((\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}) = 50 \text{ g/L}]$ ：50 g 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 溶于水中，用水定容至 1 L。

5.2.5 草酸溶液 $[\rho(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2(\text{H}_2\text{O})) = 50 \text{ g/L}]$ ：50 g 草酸 $[\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2(\text{H}_2\text{O})]$ 溶于水中，用水定容至 1 L。

5.2.6 抗坏血酸溶液 $[\rho(\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6) = 15 \text{ g/L}]$ ：称量 1.50 g 抗坏血酸，6 mol/L 硫酸溶液（5.2.3）溶解并定容至 100 mL，现用现配。

5.2.7 硅标准溶液 $[\rho(\text{Si}) = 1000 \text{ mg/L}]$ ：采用单元素标准物质，符合 GB/T 15000.3 的要求。

5.2.8 硅标准工作溶液 $[\rho(\text{Si}) = 25 \text{ mg/L}]$ ：从 1000 mg/L 的硅标准溶液（5.2.7）中准确移取 2.5 mL 于 100 mL 塑料容量瓶中，用水定容至 100 mL。

5.2.9 尼龙筛：2 mm 孔径（10 目）。

5.2.10 塑料瓶：聚乙烯材质，250 mL。

5.3 仪器设备

5.3.1 恒温振荡箱：温度控制范围：4~60 °C，精度±0.1°C；频率范围：30~300 r/min。

5.3.2 分光光度计：700 nm 波长。

5.3.3 比色皿：1 cm。

5.3.4 水浴锅：温度调节范围：~100 °C；精度±0.1°C。

5.3.5 容量瓶：聚乙烯材质，50 mL, 1000 mL。

5.4 样品

按照NY/T 1121.1和GB/T 42363的要求采集、保存和预处理。

5.5 试验步骤

5.5.1 试样制备

称取 10.00 g 经过筛（5.2.9）的风干土样于塑料瓶（5.2.10）中，加入 100 mL 柠檬酸浸提液（5.2.1），盖好瓶塞、摇匀，放入 30°C 的恒温振荡箱（5.3.1）中保温 5 h，每隔 1 h 以 210 r/min 的频率振荡 10 min。取出后干过滤，弃去初滤液。若环境温度低于 20 °C 时，可提前把样品和浸提液放入恒温箱中过夜，次日提取。

5.5.2 空白试样的制备

除不加土壤外，按照相同的步骤（5.5.1）进行空白样品的制备。

5.5.3 校准曲线的绘制

从 25 mg/L 的硅标准工作溶液（5.2.8）中，分别准确移取 0.00、0.50、1.00、2.00、3.50、5.00 mL 于 50 mL 容量瓶中，加水稀释至约 20 mL，标线浓度见附录 A。在反应过程中，始终保持溶液温度在 30°C~35 °C，依次加入硫酸溶液（5.2.2）5 mL，放置 15 min；再加入 5 mL 钼酸铵溶液（5.2.4），摇匀后放置 5 min；最后加入 5 mL 草酸溶液（5.2.5）和 5 mL 抗坏血酸溶液（5.2.6），用水定容；放置 20 min 后，在分光光度计（5.3.2）700 nm 波长处用 1 cm 光径比色皿进行比色。

注：30~35 °C 温度范围可采用水浴锅或者热水浴来实现。

5.5.4 比色

吸取滤液（5.5.1）1.00 mL~5.00 mL 于 50 mL 容量瓶中，加水稀释至约 20 mL，其他操作步骤同校准曲线（5.5.3）。

5.6 结果的计算与表达

5.6.1 结果计算

有效硅含量：

$$\omega = \frac{(\rho - \rho_0) \cdot v \cdot f}{m \cdot W_{dm}} \dots \dots \dots (2)$$

式中：

ω ——有效硅含量（Si），mg/kg；

ρ ——从校准曲线上查得试样中硅的浓度，mg/L；

ρ_0 ——从校准曲线上查得空白试样中硅的浓度，mg/L；

ν ——显色液体积，50 mL；

f ——分取倍数[f =加入浸提液的体积（mL）/吸取滤液的体积（mL）]；

m ——称取土样的质量，g；

W_{dm} ——土壤干物质含量，%。

5.6.2 结果表示

平行测试结果用算术平均值表示。结果小数点后保留一位，最多保留四位有效数字。

若结果以烘干基表示，按照 GB/T XXXXX 测试水分，把烘干基带入公式（2）计算即可。

5.7 检出限和定量限

当称样量为10.0 g、提取体积100 mL时，土壤有效硅的检出限、定量限分别为：2.5 mg/kg，4.4 mg/kg。

5.8 质量保证和控制

5.8.1 精密度控制

每20个样品或每批次（少于20个样品/批）至少分析1个平行双样，其允许相对相差应符合表2要求。

表 2 平行双样最大允许相对相差

有效硅含量 mg/kg	最大允许相对相差 %
≤300	7
>300	5

5.8.2 正确度控制

每批样品至少分析1个有证标准样品/标准物质。

6 试验报告

试验报告至少应包括下列内容：

- 本文件编号；
- 试验对象；
- 所使用的方法；
- 结果；
- 观察到的异常现象，若有应描述具体情况；
- 试验日期。

附录 A
(资料性)
标准溶液系列参考浓度表

标准溶液系列参考浓度见表A.1。

表A.1 标准溶液系列参考浓度表

mg/L

项目	检测方法	硅标准溶液浓度						内标铊浓度
		0.0	10.0	25.0	50.0	75.0	100.0	
全硅	ICP	0.0	10.0	25.0	50.0	75.0	100.0	2.5~5
有效硅	比色	0.0	0.25	0.50	1.00	1.75	2.50	-

附录 B

(资料性)

电感耦合等离子体发射光谱仪参数设置参考表

仪器设置参考参数见表B.1。

表B.1 电感耦合等离子体发射光谱仪参数设置参考表

元素	检测波长 (nm)	发射功率 (W)	等离子体流 量(L/min)	载气流量 (L/min)	辅助气流量 (L/min)	观测方向	内标检测波 长(nm)
硅	251.611	1200	12	0.7	1.0	径向	343.489
