

ICPE-9820 测定土壤中有效硫的含量

ICP-180

摘要：土壤中有有效硫含量是土壤普查的主要指标之一，本文参考行业标准《土壤检测 第14部分：土壤有效硫的测定》（NY/T 1121.14-2006），使用岛津电感耦合等离子体发射光谱仪 ICPE-9820 建立了测定土壤有效硫含量的方法。结果表明，该方法检出限低，分析结果准确，测试重复性好，满足土壤有效硫含量的测定要求。

关键词：ICP-OES 土壤普查 有效硫

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，利用四年时间全面查清农用地土壤质量，为土壤的科学分类、规划利用、改良培肥、保护管理等提供科学支撑。

硫元素是植物必需的营养物质，在植物代谢中起重要作用，土壤中缺硫会影响作物的产量。植物直接吸收利用的硫为有效硫，相比于土壤中的全硫，有效态更能反映土壤的肥力、活性及环境作用等。因此，准确测定土壤中有有效硫含量对于监控土壤质量具有重要意义。

土壤有效硫的测定通常采用硫酸钡比浊法，该法的缺点是操作过程繁琐，基质干扰大，测定重复性差等。电感耦合等离子体光谱仪是测定土壤有效硫的有力工具，具有线性范围宽、测定速度快，精密度高等优点。

本文参考 NY/T 1121.14-2006 行业标准对土壤样品进行浸提后，使用岛津 ICPE-9820 型电感耦合等离子体发射光谱仪测定有效硫的含量，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

仪器分析条件见下表1所示。

表1 ICPE-9820 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	雾化器类型	同轴
雾化室	旋流雾室	高频频率	27.12 MHz

1.3 样品前处理

参照标准 NY/T 1121.14-2006 配制浸提液并对土壤样品进行处理，过程见下图2所示。

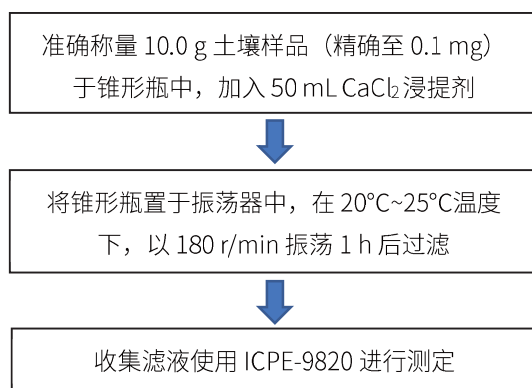


图 2 土壤有效硫元素样品前处理过程

■ 结果与讨论

2.1 标准曲线

使用 CaCl_2 浸提剂 (0.15% CaCl_2 水溶液) 配制系列浓度为 0.00 mg/L、1.00 mg/L、2.00 mg/L、5.00 mg/L、10.0 mg/L 和 20.0 mg/L 的硫元素标准溶液, 标准曲线见下图 3 所示。

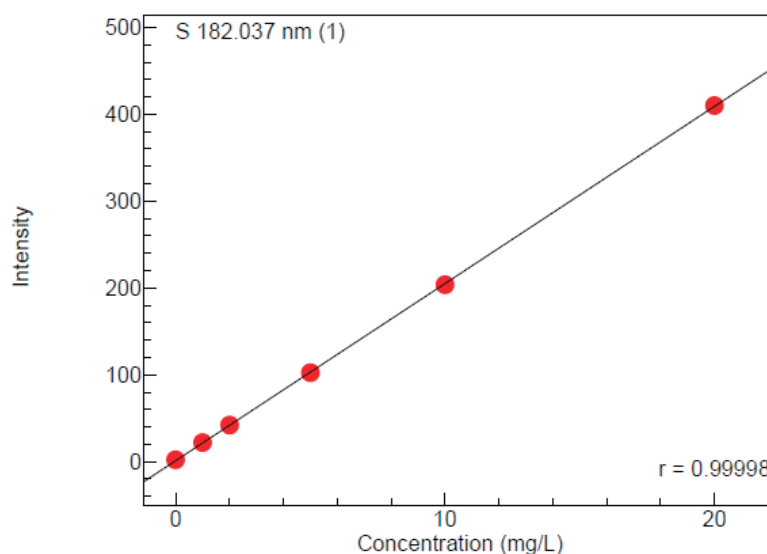


图 3 硫元素标准曲线

2.2 检出限

使用样品空白溶液测定 10 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 10.0 g, 浸提剂 50 mL, 计算方法检出限和定量限, 结果见下表 2 所示。

表 2 方法检出限

元素	仪器检出限 (mg/L)	仪器定量限 (mg/L)	方法检出限 (mg/kg)	方法定量限 (mg/kg)
S	0.039	0.13	0.20	0.65

2.3 样品分析结果

对土壤有效态成分分析标准物质 GBW 07493 进行测定, 其有效硫元素含量分析结果和加标回收率见下表 3 和表 4 所示。

表3 黄土土壤 GBW 07493 有效硫含量测定结果

测定元素	分析波长 (nm)	称量质量 (g)	浸提剂体积 (mL)	标准值 (mg/kg)	测定浓度 (mg/L)	测定含量 (mg/kg)	平均含量 (mg/kg)	相对相差 (%)
S	182.037	10.1245	50.0	33±2	6.33	31.26	31.17	0.58
		10.0872			6.27	31.08		

注：GBW 07493 的 pH 为 8.44±0.04，为碱性土壤，参照标准使用浸提剂为 0.15% CaCl₂ 水溶液。

表4 GBW 07493 加标回收结果

样品名称	测定元素	测定浓度 (mg/L)	加标浓度 (mg/L)	加标测定浓度 (mg/L)	回收率 (%)	RSD (%，n=4)
GBW 07493	S	6.30	5.00	11.0	94.0	0.41

■ 结论

本文参考行业标准《土壤检测 第14部分：土壤有效硫的测定》(NY/T 1121.14-2006)，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硫含量的方法。结果显示：方法线性良好 ($r > 0.9999$)，检出限低 ($MDL < 0.65 \text{ mg/kg}$)，加标回收率高，测定精密度好 ($RSD < 1.0\%$)，满足土壤有效硫含量的测定要求，助力第三次全国土壤普查。

岛津应用云

