

ICP-OES 测定土壤中有效态硫 (S) 的含量

ICP-196

摘要：参考农业行业标准《NY/T 1121.14-2023 土壤检测 第 14 部分：土壤有效硫的测定》，采用岛津 ICPE-9820 型电感耦合等离子体发射光谱仪 (ICP-OES) 测定了土壤中有有效态硫 (S) 的含量。分析结果显示，土壤质控样品测定值符合理论值，样品 6 次测定精密度 RSD 小于 2%。该方法灵敏度高，精确度好，抗干扰能力强，分析速度快，适用于土壤“三普”样品有效态硫的批量分析。

关键词：ICP-OES 有效态硫 土壤“三普”

技术特点：

- ❖ 使用 Mini 炬管，减少 40% 氦气消耗成本。
- ❖ 真空光室，无需气体吹扫，开机短时间内即可进行深紫外区 S 元素的高灵敏度分析。

硫，作为生长发育所必需的营养元素，在植物体内参与重要的生理过程，是含硫氨基酸和蛋白质的必要组成元素，还参与合成维生素、糖苷油及叶绿素的过程。在生产实践中，硫能促进作物生长，提高作物的产量和品质，增强作物抗性，如果土壤供硫不足，将严重影响作物的产量和品质。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，根据土壤有效硫测定结果，合理进行配方施肥至关重要。

中华人民共和国农业行业标准《NY/T 1121.14-2023 土壤检测 第 14 部分：土壤有效硫的测定》规定了电感耦合等离子体发射光谱法 (ICP-OES) 作为土壤有效态硫的分析方法。

ICP-OES 具有测定元素范围广、线性范围宽、精密度高、分析速度快、多元素测定等优点，已广泛应用于环境、地质、工业等行业的元素分析。本文利用岛津 ICPE-9820 测定了土壤中有有效态硫的含量，该方法适用于土壤“三普”样品有效态硫的批量分析。

■ 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	炬管类型	Mini 炬管
高频频率	27.12 MHz	雾化器类型	同心雾化器
辅助气流速	0.60 L/min	雾化室	旋流雾室
等离子体气流速	10.0 L/min	观测方向	径向
载气流速	0.70 L/min		

1.3 样品前处理

准确称取 10 g (精确至 0.01 g) 样品, 于 100 mL 三角瓶中, 加入 50 mL 浸提剂 (0.204% 磷酸二氢钙 +11.5% 的乙酸), 在温度 20°C ~25°C、振荡频率 (180±20) r/min 的条件下, 振荡 1 h 后, 干过滤, 弃去最初滤液待测。同法制备方法空白。

■ 结果与讨论

2.1 标准曲线

采用浸提液配制 S 标准溶液, 标准溶液浓度为 0、2.00、6.00、10.0、15.0、20.0 mg/L。标准曲线如图 2 所示。

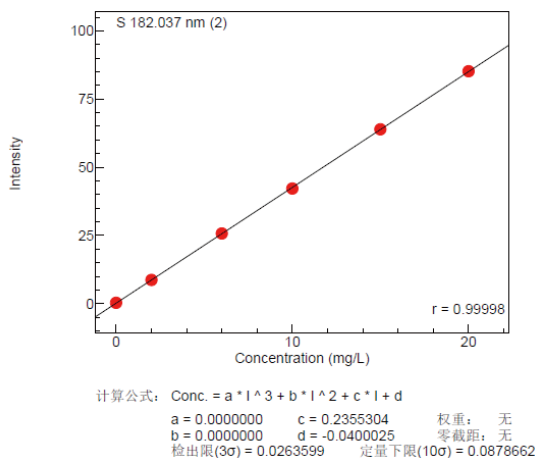


图 2 硫元素标准曲线图

2.2 谱峰轮廓图

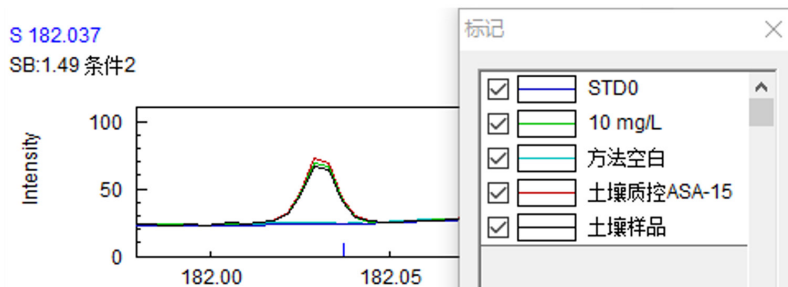


图 3 硫元素谱峰轮廓图

2.3 检出限

按照实验方法，对方法空白溶液重复测定 10 次，分别以浓度的 3 倍和 10 倍标准偏差 (SD) 计算仪器检出限和仪器定量限。根据称样量 10 g，浸提液 50 mL 计算方法检出限和方法定量限。结果见表 2。

表 2 检出限和定量限

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	0.03	0.09	0.2	0.45

2.4 样品分析结果及准确度考察

使用 ICPE-9820 测定土壤样品及质控样品 ASA-15 中有效态硫的含量，实验结果见表 3。土壤样品分析结果为 45.8 mg/kg，6 次测定结果 RSD 值小于 2%；平行前处理 2 份质控样品，分析结果与理论值吻合，精密度 RSD 值小于 2%。

表 3 样品分析结果及准确度

样品名称	测定值 (mg/L)	RSD (% , n=6)	样品含量 (mg/kg)	理论值 (mg/kg)
土壤 -1	9.15	1.91	45.8	--
土壤 -2	9.16	0.54	45.8	--
ASA-15-1	10.3	1.34	51.7	51.7±3
ASA-15-2	10.5	1.37	52.6	51.7±3

■ 结论

使用岛津 ICPE-9820 型电感耦合等离子体发射光谱仪径向观测分析了土壤样品中有效态硫的含量，该方法抗基体能力强，精密度高，分析速度快，适用于土壤“三普”样品有效态硫的批量分析。

岛津应用云

