

中华人民共和国农业行业标准

NY/T XXXX—202X

土壤全硫含量测定 燃烧-红外吸收法

Determination of total sulfur content in soil

The combustion method with infrared absorption

(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。

202X-XX-XX 发布

202X-XX-XX 实施

中华人民共和国农业农村部 发布

# 目次

前 言 .....	II
1 适用范围 .....	1
2 规范性引用文件 .....	1
3 术语和定义 .....	1
4 原理 .....	1
5 试剂和材料 .....	1
6 仪器设备 .....	2
7 试验步骤 .....	2
8 注意事项 .....	3
9 安全提示 .....	3

# 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专利的责任。

本文件由中华人民共和国农业农村部农业农村部农田建设管理司提出

本文件由农业农村部耕地质量标准化技术委员会归口。

本文件准起草单位：中国农业科学院农业资源与农业区划研究所、国家化肥质量检验检测中心（北京）、XXXXXXXXXXXXXXXXXX。

本文件主要起草人：XXXXXXXXXX。

本文件为首次发布。

# 土壤全硫含量测定 燃烧-红外吸收法

## 1 适用范围

本文件规定了应用燃烧-红外吸收法测定土壤全硫含量的方法原理、试剂和材料、仪器设备、试样制备、分析步骤、质量保证/质量控制以及注意事项等。

本文件适用于各类土壤中全硫含量的测定。

## 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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。

NY/T 52 土壤水分测定法

NY/T 395 农田土壤环境质量监测技术规范

## 3 术语和定义

本文件无相关术语和定义。

## 4 原理

一定量的土壤样品在燃烧炉中高温燃烧，样品中硫与氧气反应生成二氧化硫（ $\text{SO}_2$ ），在载气的带动下，所生成的其它气态干扰成分被适当的吸收剂去除，进入红外检测器进行检测。 $\text{SO}_2$ 在波长 $6.82\sim 9.00\ \mu\text{m}$ 范围具有较强的特征吸收特性，采用一定的特征波长红外光照射 $\text{SO}_2$ 气体，光通量的衰减与 $\text{SO}_2$ 的浓度符合朗伯-比尔定律，最终可以计算出 $\text{SO}_2$ 质量浓度值，从而得到土壤样品中全硫元素含量。

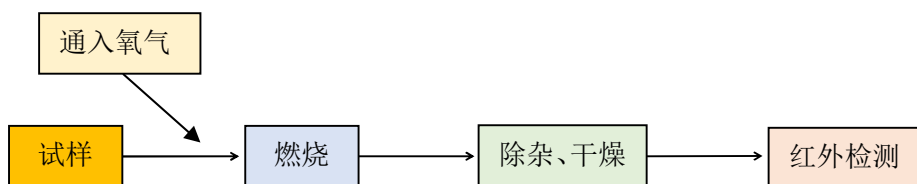


图1 土壤全硫含量测定 燃烧-红外吸收法原理示意图

## 5 试剂和材料

5.1 氧气（ $\text{O}_2$ ）：纯度不小于 99.999 %；

5.2 载气：如氦气（ $\text{He}$ ）、氮气（ $\text{N}_2$ ），纯度不小于 99.999%。

5.3 基准化学试剂或标准物质/标准样品（硫含量理论上可计算确认）：用于校准仪器，如磺胺、硫

酸铵、硫酸钾、苯磺胺阿曲库铵等或液体硫有证国家标准溶液。

5.4 助熔剂（需要时可选择）：如五氧化二钒、纯铁、钨粒、三氧化钨等。

5.5 干燥剂：如无水高氯酸镁。

5.6 二氧化碳吸收剂。

## 6 仪器设备

6.1 天平：分度值 0.01 mg。

6.2 分析仪：燃烧管温度不低于 1250 °C；配红外检测器，硫检测灵敏度 $\leq 0.000\ 001\%$ ，分析精度（相对标准偏差 RSD） $\leq 0.5\%$ 。

## 7 试验步骤

### 7.1 试样制备

参照 NY/T 395 《农田土壤环境质量监测技术规范》。土壤样品于干净通风的室内自然风干。研磨过 0.149 mm（100 目）土壤筛，装入样品瓶中，待测。

### 7.2 仪器校准

按照分析仪使用手册，使用已知硫含量基准试剂用于校准仪器，应涵盖测试样品中硫含量范围。

### 7.3 试样测定

根据分析仪的分析程序和标准工作曲线的线性范围，称取适量的土壤试样（精确到 0.01mg 或 0.001 mg），样品置于分析仪相匹配的专用样品舟或坩埚，或放入锡箔纸或无硫纸中包好，待测。

将准备好的样品放入仪器进样盘，选择最佳条件进行试样测定。仪器加热燃烧管温度不能低于 1250 °C。

为了检查分析仪的性能，每个试验批次定期加入标准物质或基准试剂、对照样品，开展空白试验，实施质量控制，数量和频率取决于分析仪的校准方法及校准工作曲线的稳定性。

### 7.4 试验数据处理

土壤全硫含量以质量分数 $\omega$ 表示，单位以 mg/kg 表示。结果保留到小数点后 1 位；

若以烘干基计算。水分含量的测定按 NY/T 52 的规定执行。

### 7.5 质量保证/质量控制

7.5.1 每批样品应至少做 5% 的平行样品测定。样品数不足 10 个时，每批样品应至少做一个平行样品测定。平行结果绝对偏差允许范围见表 1。

表 1 平行测定结果之间允许差范围

测定值, mg/kg	绝对偏差, mg/kg
>500	$\leq 5.0$
500~50	$\leq 2.5$
<50	$\leq 1.0$

7.5.2 校准曲线的相关系数应 $\geq 0.995$ 。

7.5.3 每批样品测定时，应分析一个有证标准样品或基准试剂，其测定值应在参考保证值范围内。

7.5.4 每批样品应测定一个校准工作曲线中间浓度的校核样品，校核样品测定值与校准工作曲线相对应点浓度的相对误差应不超过 10%。

## 8 注意事项

8.1 分析仪开机后要要进行漏气检查，以保证设备的正常运行。运行过程中注意及时清理分析仪燃烧系统里残渣或及时更换净化系统与干燥系统里物品，以免堵塞气路。

8.2 适当的土壤样品称样量对保证数据有效性重要，当称样量较小时（低于 0.0500 g），测定值之间波动较大，准确度和精密度较差；建议土壤试样称样量不低于 0.0500 g~0.1000 g。

8.3 燃烧温度不应低于 1250 °C，甚至需要更高的燃烧温度 1300~1400 °C，否则土壤中部分含硫化物如碱金属、碱土金属、银、铅等硫酸盐等较难分解。而且在温度降低时，气体反应平衡将向产生 SO<sub>3</sub> 的方向移动。可根据不同仪器设备的配置，选择适当的助燃剂，以提高样品分解。助燃剂中硫含量应满足空白试验要求。

8.4 如果燃烧裂解管中积累残余物较多时，要事先将燃烧残余物清除以免其中含有的碱金属及碱土金属氧化物吸收燃烧生成的 SO<sub>2</sub>。

8.5 盛装样品的坩埚、样品舟、锡箔纸要保证不含硫。

8.6 水蒸气特征吸收峰和 SO<sub>2</sub> 相近，在分析测试过程中，水蒸气的存在会对硫的测定结果造成较大影响。为排除水蒸气的干扰，在气体进入检测器前需要对混合气体进行干燥除湿。

8.7 卤素会对红外检测器窗口和光管造成影响，必要，分析仪管路系统上配置除卤素装置。

8.8 采用坩埚或瓷舟进样，燃烧后温度较高，宜用耐高温不锈钢钳子、粗铁丝等工具取出，并放入防高温的器皿中，以防掉落、烫伤人体。

8.9 分析人员要关注土壤样品分析过程峰型的变化，若出现峰型拖尾、多峰，建议升高燃烧温度，延长测定时间，以保证样品中含硫化物的全部分解。

## 9 安全提示

本文件的相关规定并不意味着可以直接使用危险化学品试剂，而是必须采取预防措施，注意操作的安全性。

若样品带有易燃爆炸性，不得使用此方法测定。

部分催化剂的残留物可能有毒，必须妥善处理。

实验室处理试剂和样品时，应穿戴上外套、护目镜、手套、口罩等防护用品。

搬运时压缩气体和高温设备要采取必要的预防措施。

操作分析仪时，遵循仪器制造商的安全指南和使用说明。