

应用报告 | E500 元素分析仪测定土壤中的总碳和总氮

一、前言

土壤中碳、氮含量是评估土壤质量及衡量土壤肥力的重要指标，并且碳、氮含量的高低影响其它元素的迁移和转化过程。除此之外，对于酸性土而言，酸性土壤的总碳含量乘以 1.724，即可得出土壤有机质含量；对于中性和石灰性土壤而言，除去无机碳后，再测定碳含量并乘以 1.724，也可得出土壤有机质含量。因此，对土壤的总碳和总氮含量进行测定具有非常重要的意义。

相比其它分别测定土壤中的总碳和总氮含量的方法而言，元素分析仪可以直接测得土壤中的总碳和总氮含量。除此之外，土壤样品具有均质性低且灰分含量高的特点，而 E500 元素分析仪采用了大坩埚进样并结合了“样品-灰分原位置换”技术，能很好解决该问题，适用于土壤的连续大批量检测。

二、仪器与试剂

1、仪器

E500 元素分析仪、微量分析天平等。

2、试剂

载气：高纯氦气（体积分数 $\geq 99.999\%$ ）；

助燃气：氧气（体积分数 $\geq 99.999\%$ ）；

磺胺标准品（纯度 $> 99\%$ ）；

土壤标准品：土壤（GBW7405a）（土壤成分分析标准物质）；

样品：四川土壤（盲样）。

三、E500 元素分析仪实验方法

1. 仪器准备

- ◆ 管路准备：可根据耗材填充工装对燃烧管、还原管及干燥管进行准确装填，如耗材使用周期达到上限需及时更换；
- ◆ 气源准备：氦气（纯度：99.999%）；氧气（纯度：99.999%）；
- ◆ 微量分析天平开机预热：尽量保持长期开机，并保持称量室温度和湿度稳定；
- ◆ 陶瓷坩埚（ $\Phi 14\text{mm} \times 25\text{mm}$ ）准备：将陶瓷坩埚置于 550°C 的马弗炉中灼烧 3h，冷却后置于干燥器中备用；
- ◆ CHNS 模式使用参数见下表：

| 模式 | 燃烧管 | 还原管 | C 柱 | H 柱 | S 柱 | 检测器 | 标准品 |
|---------|----------------------|---------------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------------------|-----|
| CHNS 模式 | 1000°C | 850°C | 35°C | 45°C | 40°C | TCD 检测器 (60°C) | 磺胺 |

2、样品前处理

对于土壤样品，首先将样品放置真空干燥箱中，在 70℃ 下烘干 3 小时，并置于干燥器中储存。在测试前需要充分混匀均质，保证样品均一。

3、样品称量与承装

样品称量使用的是百万分之一的天平，以 mg 为单位进行称量。

由于土壤中 N 含量在 0.02%~0.50% 内，根据土壤中的 C、N 含量的理论数值计算应该称取的样品重量，保证待测元素的含量在标准曲线的范围内。称取均匀的土壤样品 300mg 左右（精确至 0.001mg）于锡箔纸中并封口，将样品压实后置于干燥的陶瓷坩埚中并放于 E500 元素分析仪的样品盘中待测。

4、实验方法设置

| 方法名称 | 通气时间 | 氧气流量 | N 延时 | C 延时 | H 延时 | S 延时 | 自动归零 |
|----------|------|-----------|------|------|------|------|------|
| 土壤 300mg | 100s | 150mL/min | 90s | 160s | 180s | 180s | 80s |

5、样品测试流程

- ◆ **开机：**打开左侧电源总开关→打开右侧白门的电源开关，等待自动进样器初始化→打开**气瓶**，调整压力为氦气 **0.2Mpa**，氧气 **0.3Mpa**→打开**仪器右侧白门**，调整减压阀压力，氦气 **0.12Mpa**，氧气 **0.25Mpa**，参比 **0.2Mpa**→启动 E500 软件，软件操作界面显示“连接成功，设备正常”后说明仪器与软件已成功连接。
- ◆ **检漏：**打开 E500 软件，依次点击菜单栏上的选项：维护→系统测试→勾选打开 He→He、O₂ 流量值输入 **0**→点击测试→观察下方流量值，若流量值不大于 **20mL/min**，则表示仪器气密性良好，可以正常运行。
- ◆ **升温：**依次点击菜单栏上的选项：测试→开始升温→弹出吸附柱是否需要活化窗口，如果仪器是第一次运行或连续 7 天未开机，点击**确定**，否则点击**取消**。等待燃烧管、还原管、检测器到达设定温度后方可开始测试。
- ◆ **样品测试：**双击孔位序号，输入样品信息，重量，选取合适的方法，点击确定进入下一个样品的信息输入。点击**单个分析**，样品做完一个后，不会继续；点击**自动分析**后，仪器会自动将**终止标识**前所有样品测试完成后停止，测试顺序参考下表依次进行：

| 模式 | 样品数量 | 样品名称 | 重量 | 方法 | 作用 |
|---------|------|------|-------------|-----------|---------------------------|
| CHNS 模式 | 1 | 空白 | 0 | 空白通氧 | 系统空白，去除氧气管路中的空白 |
| | 2 | 空白 | 0 | 空白不通氧 | 系统空白（空白仍不为 0 可以适当增加次数） |
| | 3 | 磺胺 | 10mg±0.25mg | CHNS 10mg | 优化仪器参数 |
| | 3 | 磺胺 | 10mg±0.25mg | CHNS 10mg | 计算日常系数（0.9≤K≤1.1，否则重新做标曲） |
| | 2 | 磺胺 | 10mg±0.25mg | CHNS 10mg | 对比样品实际值 |
| | 10 | 土壤 | 实际样品重量 | 土壤 300mg | 实际样品测试 |
| | 1 | 磺胺 | 10mg±0.25mg | CHNS 10mg | 对比标样实际值 |

- ◆ **数据查询：**点击软件左侧导航栏数据，即可查询已做样品的数据，过往的数据可以根据名称、操作人、日期等选项来查看，并且可以对数据进行导出。
- ◆ **关机：**点击测试→开始降温→关闭氦气和氧气→退出软件→关闭仪器白门电源→等待温度降至 200℃ 以下时，关闭左侧电源开关。

四、结果分析

土壤（GBW7405a）及土壤（四川）中的总碳和总氮的测试结果如下表：

| 样品编号 | 样品名称 | 样品质量/mg | 氮含量/% | 平均值 | 碳含量/% | 平均值 |
|------|------|---------|-------|-----|-------|-----|
| | | | | | | |

| | | | | | | |
|---|----------|---------|-------|-------|-------|-------|
| 1 | GBW7405a | 300.025 | 0.064 | 0.056 | 0.207 | 0.208 |
| 2 | GBW7405a | 300.031 | 0.048 | | 0.210 | |
| 3 | 四川土壤（盲样） | 300.178 | 0.074 | 0.074 | 0.744 | 0.758 |
| 4 | 四川土壤（盲样） | 200.054 | 0.074 | | 0.775 | |

五、结论

通过实验结果可以看出，使用 E500 元素分析仪可以同时测定土壤中的总碳和总氮含量，其中 GBW7405a 标土的总氮含量及总碳含量的平均值处于标准范围内，且四川土壤（盲样）的数据平行性良好。因此结合了大坩埚进样和“样品-灰分原位置换”技术的 E500 元素分析仪，适用于连续大批量检测土壤中的总碳及总氮含量。