

ICP-Optical Emission Spectroscopy

作者：

Siwarin Luenam

PerkinElmer, Inc.

Thailand



利用 AVIO 200 ICP-OES 分析肥料中的微量元素

引言

肥料产业是国家农业部门的关键行业，其主要作用在于提高农作物生产力。肥料中相关主要元素分为四大类：

主要营养素、次要营养素、微量营养素和微量元素。表 1 列举了各个类别的代表性元素。

目前化肥广泛应用于农业，这造成化肥的需求量急剧攀升，但也因此导致了部分劣质化肥的出现。分析和监测主要营养素、次要营养素和微量元素十分必要，可以确保肥料品质符合各地区法规。表 2 列出了泰国农业部对肥料中特定元素的规定水平。虽然测量肥料中微量元素的方法不止一种，但从成本效益、简易性、稳定性和准确性综合来看，ICP-OES 是最佳选择，它的动态范围尤其适用于肥料样品预期的元素浓度。

表 1. 肥料中的元素分类

等级	元素
主要营养素	N, P, K
次要营养素	Ca, Mg, Fe, Mn, Cu, Zn, Mo, B, S
微量营养素	Al, Co, V, Se, Ni
微量元素	As, Cd, Cr, Pb

表 2. 泰国相关法规对肥料中元素的要求

元素	规定浓度 (mg/kg)
As	50
Cd	5
Cr	300
Pb	500

本文通过分析参考物质，考察了 Avio™ 200 ICP-OES 对泰国相关法规对肥料中元素的要求的适用性。

实验条件

样品和样品制备

我们使用了两种参考物质验证该方法：NIST 695 多营养素肥料中的微量元素标准样品和摩洛哥磷矿中的 BCR-032 微量元素标准样品。之所以选择第二种参考物质，因为其高磷酸盐浓度与肥料中常见的磷浓度类似。

我们采用 Titan® MPS 微波消解系统通过微波消解法制备所有的样品。向每个容器里添加 0.15 g 样品，然后添加 6 mL 浓缩硝酸和 2 mL 浓缩盐酸。容器不加盖静置 10 分钟，使前期反应完全。然后盖上容器的盖子，放置于 Titan 之中，按照表 3 所示的程序进行消解。消解之后将样品转移到 100 mL 的容量瓶中，用去离子水稀释至 100 mL 用于分析。

仪器参数

按照表 4 所示的参数利用 Avio 200 分析所有的样品，分析采用标准进样系统。Avio 平板等离子体技术的最大优势就是总共只需使用 9 L/min 的氩气，再结合垂直炬管即可提升分析高基质样品的能力。所使用的元素和波长列于表 5。将所有定量测量结果与用 0.05、0.1、1、2 和 5ppm 标准溶液配制的外部校准曲线对照。

表 3. Titan MPS 温度程序

温度程序					
步骤	目标温度 (°C)	压力限值 (巴)	升温时间 (分钟)	保温时间 (分钟)	功率 (%)
1	160	30	5	5	90
2	180	35	2	30	100
3	50	35	1	15	0
4	-	-	-	-	-

表 4. Avio 200 ICP-OES 所采用的仪器参数和进样系统

参数	数值
雾化器 / 雾室	Meinhard/ 旋流雾室
中心管	氧化铝中心管, 2.0 mm
读取时间	1 秒 (最低) - 2 秒 (最高)
等离子体气	8 L/分钟
辅助气	0.2 L/分钟
雾化气	0.7 L/分钟
射频功率	1400 W
观测方向	轴向

表 5. 元素和波长

元素	波长 (nm)	观测方向
砷 (As)	188.979	轴向
铅 (Pb)	220.353	轴向
钴 (Co)	228.616	轴向
镉 (Cd)	228.802	轴向
镍 (Ni)	231.604	轴向
铬 (Cr)	267.716	轴向

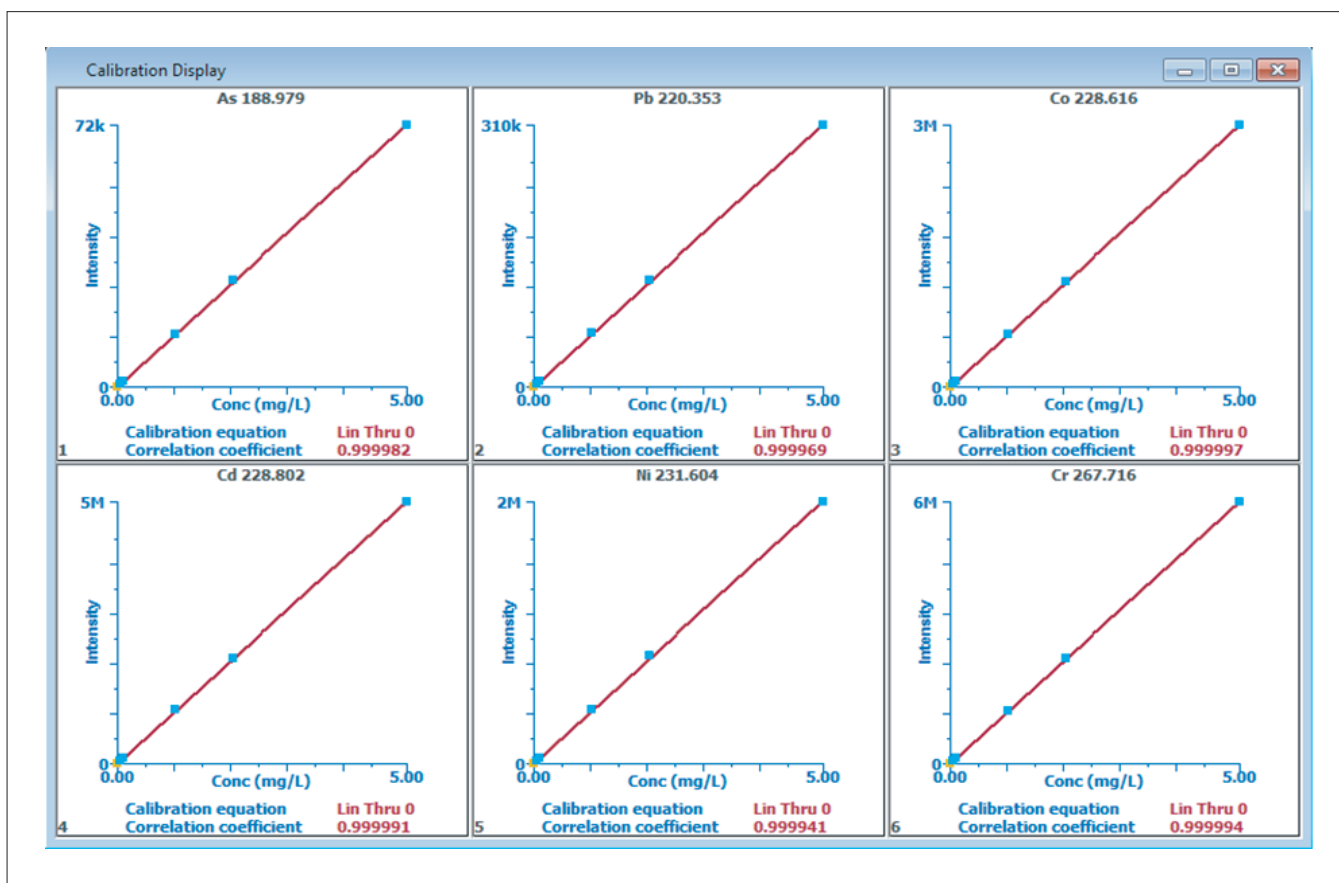


图 1. 所有元素的校准曲线

结果

校准曲线如图 1 所示，所有元素的相关系数均大于 0.9999。通过测量参考物质评估该方法的准确性，NIST 695 和 BCR-032 参考物质的结果分别列于表 6 和表 7，所有回收率均介于认证值的 $\pm 10\%$ 以内，证明了该方法的准确性。

通过分析基体空白测定该方法的检出限 (DL)，所用试剂与实际样品完全相同。10 次空白测量结果的标准偏差乘以 3 即为检出限，如表 8 所示。

表 6. SRM 695 的检测结果

元素	认证值 (mg/kg)	Avio 200 测定值 (mg/kg)	% 回收率
As	200	211	107
Pb	273	295	108
Co	65.3	62.9	96
Cd	16.9	18.0	107
Ni	135	139	103
Cr	244	243	100

表 7. CRM BCR-032 的检测结果

元素	认证值 (mg/kg)	Avio 200 测定值 (mg/kg)	% 回收率
As	9.5	< DL	-
Pb	5.4	<DL	-
Co	0.59	0.613	104
Cd	20.8	21.8	105
Ni	34.6	35.0	101
Cr	257	261	102

表 8. 肥料样品的检出限

元素	检出限 (mg/kg)	标准规定水平 (mg/kg)
As	3.01	50
Pb	3.37	500
Co	0.31	未作规定
Cd	0.21	5
Ni	0.59	未作规定
Cr	0.79	300

结论

本文证明，Avio 200 ICP-OES 可以准确地测量肥料中水平等于或低于泰国标准要求水平的次要营养素和微量元素。

使用的耗材

Avio 200 ICP-OES	
耗材	货号
红 - 红 PVC 蠕动泵软管	09908585
黑 - 黑 PVC 蠕动泵软管	09908587
自动进样器试管	B0193233 (15 mL) B0193234 (50 mL)
铂金埃尔默公司纯 XVI (QC 21 种元素) 标准溶液	N93002812 (125 mL)
Titan MPS 微波消解仪	
耗材	货号
标准 75 mL 消解容器的 耗材工具包	N3132000
标准 75 mL 消解容器的 防爆膜 (25 件)	N3132001
标准 75 mL 消解容器的 加压密封 (10 件)	N3132002
气体密封歧管的端帽塞	N3134004
标准 75 mL 消解容器的 单口密封成形工具	N3132015
标准 75 mL 消解容器的 8 位唇形 密封成形工具	N3132014