

Автор:

Siwarin Luenam

PerkinElmer Inc.
Thailand

Анализ микроэлементов в удобрениях с помощью ИСП-ОЭС спектрометра Avio 200

Введение

Производство химических удобрений является одной из ключевых отраслей для сельскохозяйственного сектора

страны, повышение урожайности которого является первостепенной. Основные элементы, представляющие интерес для удобрений, подразделяются на четыре класса: основные питательные вещества, вторичные питательные вещества, питательные микроэлементы и примеси элементов. В таблице 1 представлены элементы каждого из этих классов.

В настоящее время химические удобрения широко используются в сельском хозяйстве, что привело к увеличению спроса, однако рост спроса привел также к производству некоторых удобрений низкого качества. Анализ и мониторинг основных и вторичных питательных веществ, а также микроэлементов необходим для обеспечения соответствия качества удобрений местным нормам. В таблице 2 перечислены нормы предельно допустимых концентраций для некоторых элементов в удобрениях сельскохозяйственного департамента Таиланда. Хотя для измерения микроэлементов в удобрениях можно использовать различные методы, ИСП-ОЭС предлагает наилучшее сочетание цены, простоты, прочности и точности, а также имеет аналитический диапазон определяемых концентраций, который соответствует ожидаемым концентрациям в образцах удобрений.

Таблица 1. Категории элементов в удобрениях.

Категория	Элементы
Основные питательные элементы	N, P, K
Вторичные питательные элементы	Ca, Mg, Fe, Mn, Cu, Zn, Mo, B, S
Питательные микроэлементы	Al, Co, V, Se, Ni
Примеси	As, Cd, Cr, Pb

Таблица 2. Нормы предельно допустимых концентраций примесей в удобрениях в Таиланде.

Элемент	ПДК (мг/кг)
As	50
Cd	5
Cr	300
Pb	500

Представленная работа на примере анализа стандартных образцов удобрений демонстрирует способность ИСП-ОЭС спектрометра Avio® 200 соответствовать нормативным ограничениям Таиланда для определения микроэлементов в удобрениях.

Экспериментальная часть

Образцы и пробоподготовка

Для проверки правильности метода использовались два стандартных образца: образец NIST 695, используемый для анализа микроэлементов в многокомпонентных удобрениях и образец BCR-032, используемый для анализа микроэлементов в марокканских фосфатных породах. Второй стандартный образец был выбран потому, что высокая концентрация фосфата в этом образце аналогична повышенной концентрации фосфора, обычно встречающейся в удобрениях.

Все образцы были приготовлены методом микроволнового разложения с использованием системы микроволнового разложения Titan® MPS. В каждый сосуд добавляли 0,15 г образца, затем 6 мл концентрированной азотной кислоты и 2 мл концентрированной соляной кислоты. Открытые сосуды оставляли на 10 минут для предотвращения спонтанной химической реакции в процессе разложения. По истечении этого времени сосуды закрывали и помещали в систему Titan MPS для нагрева и растворения в соответствии с условиями, указанными в таблице 3. После завершения программы разложения образцы переносили в мерные колбы объемом 100 мл и разбавляли до 100 мл деионизированной водой.

Оборудование и условия измерения

Все образцы были проанализированы на оптическом эмиссионном спектрометре с индуктивно-связанной плазмой Avio 200 с использованием параметров и условий, представленных в Таблице 4. Возможность использовать всего 9 л/мин аргона является результатом применения в спектрометре Avio 200 плазменной технологии Flat Plate™, которая в сочетании с вертикальной горелкой расширяет возможность анализа образцов со сложной матрицей. Определяемые элементы и использованные длины волн

показаны в Таблице 5. Все количественные измерения были выполнены на основе градуировочных графиков, построенных по стандартным растворам 0,05; 0,1; 1; 2 и 5 мг/л.

Таблица 3. Программа разложения для микроволновой системы Titan MPS.

Программа разложения					
Этап	Температура (°C)	Предельное давление (бар)	Время нагрева (минуты)	Время выдержки (минуты)	Мощность (%)
1	160	30	5	5	90
2	180	35	2	30	100
3	50	35	1	15	0
4	-	-	-	-	-

Таблица 4. Параметры для ИСП-ОЭС спектрометра Avio 200.

Параметр	Значение
Распылитель/ Распылительная камера	Распылитель Meinhard/ Циклонная распылительная камера
Инжектор	Корундовый инжектор 2.0 мм внутр. диаметр.
Время считывания сигнала	1 сек (миним.) - 2 сек (макс.)
Подача газа плазмы	8 л/мин
Подача вспомогательного газа	0.2 л/мин
Подача газа распылителя	0.7 л/мин
Мощность РЧ-генератора	1400 Вт
Режим обзора плазмы	Аксиальный

Таблица 5. Исследуемые элементы и использованные длины волн.

Элемент	Длина волны (нм)	Режим обзора плазмы
Мышьяк (As)	188.979	Аксиальный
Свинец (Pb)	220.353	Аксиальный
Кобальт (Co)	228.616	Аксиальный
Кадмий (Cd)	228.802	Аксиальный
Никель (Ni)	231.604	Аксиальный
Хром (Cr)	267.716	Аксиальный

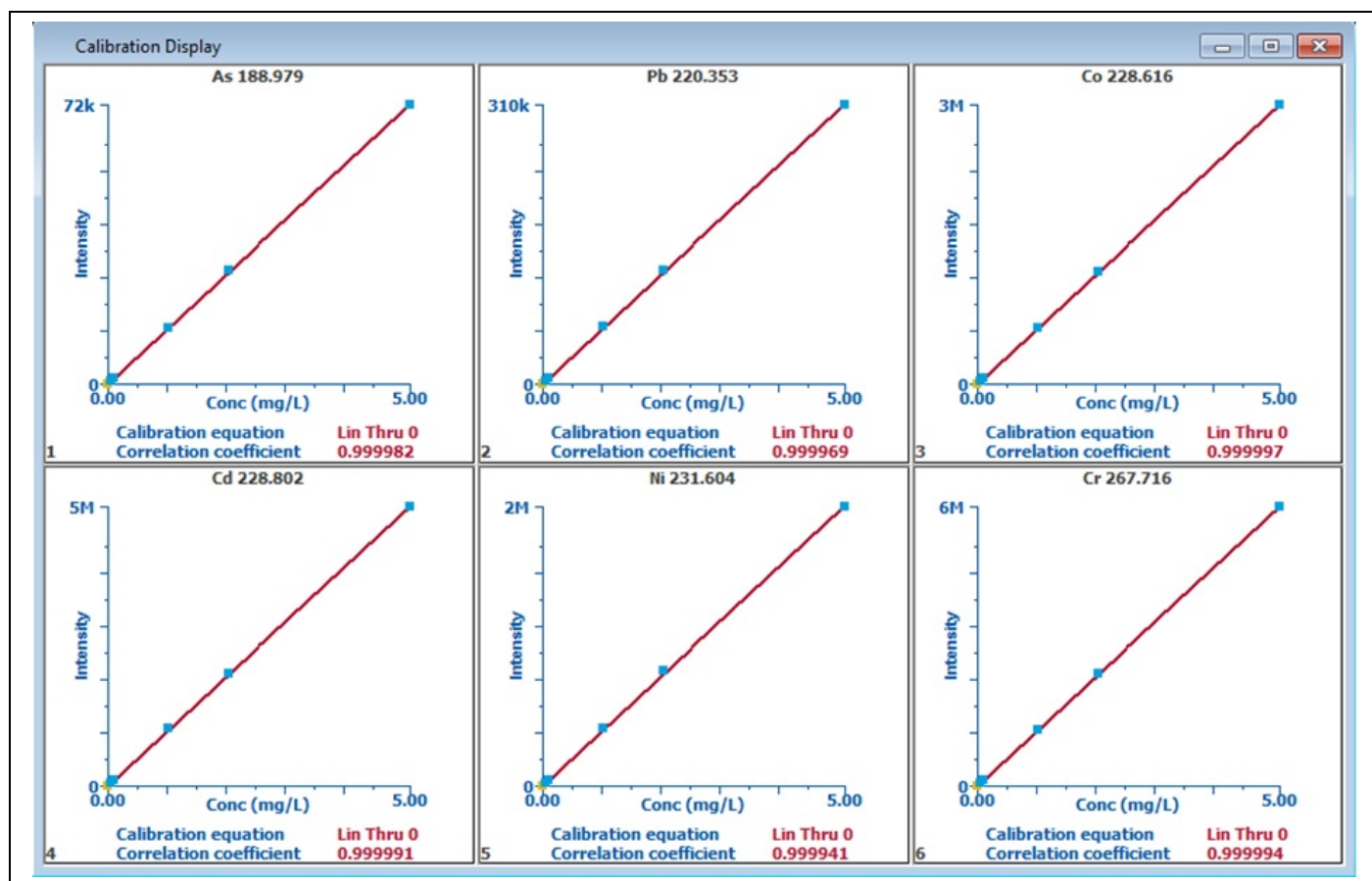


Рисунок 1. Градуировочные графики для всех определяемых элементов.

Обсуждение результатов

Точность метода определялась путем измерения стандартных образцов. Прежде всего, были построены градуировочные графики, приведенные на рисунке 1. Коэффициенты корреляции для всех графиков составляют не менее 0,9999. Результаты для стандартных образцов приведены в таблицах 6 и 7 для образцов NIST 695 и BCR-032, соответственно, и демонстрируют точность метода - все концентрации элементов находятся в пределах 10% от сертифицированных значений для обоих образцов.

Таблица 6. Результаты измерений в соответствии с методом NIST 695.

Элемент	Сертифицированные значения (мг/кг)	Значения, полученные на Avio 200 (мг/кг)	Выход по концентрациям элементов (%)
As	200	211	107
Pb	273	295	108
Co	65.3	62.9	96
Cd	16.9	18	107
Ni	135	139	103
Cr	244	243	100

Пределы обнаружения (ПО) этого метода были определены путем анализа раствора бланка, который был приготовлен с теми же кислотами, которые использовались при подготовки растворов образцов. ПО были определены путем умножения стандартного отклонения десяти повторных измерений в три раза и показаны в таблице 8.

Таблица 7. Результаты измерений в соответствии с методом BCR-032.

Элемент	Сертифицированные значения, мг/кг	Значения, полученные на Avio 200 (мг/кг)	Выход по концентрациям элементов (%)
As	9.5	< 3	-
Pb	5.4	< 3	-
Co	0.59	0.613	104
Cd	20.8	21.8	105
Ni	34.6	35.0	101
Cr	257	261	102

Таблица 8. Пределы обнаружения элементов в образцах удобрений.

Элемент	Пределы обнаружения Avio 200 (мг/кг)	Уровни ПДК, регулируемые для Таиланда (мг/кг)
As	3.01	50
Pb	3.37	500
Co	0.31	Не указаны
Cd	0.21	5
Ni	0.59	Не указаны
Cr	0.79	300

Заключение

Представленная работа продемонстрировала способность ИСП-ОЭС спектрометра Avio 200 точно измерять вторичные питательные вещества и микроэлементы в удобрениях на уровне или ниже регулируемых предельно допустимых уровней в Таиланде.

Использованные расходные материалы

ИСП-ОЭС спектрометр Avio 200	
Название	Кат. номер
Трубки для слива пробы, Красн./Красн. (1.14 мм внутр. диам.)	09908585
Трубки для подачи пробы, Черн./Черн. (0.76 мм внутр. диам.)	09908587
Виалы для автодозатора	B0193233 (15 мл) B0193234 (50 мл)
PerkinElmer Pure XVI (QC 21 Elements)	N93002812 (125 мл)
Система микроволнового разложения Titan MPS	
Название	Кат. номер
Набор расходных материалов для стандартных емкостей для разложения 75 мл	N3132000
Предохранительные диски для стандартных емкостей для разложения 75 мл (25 шт.)	N3132001
Уплотнение для стандартных емкостей для разложения 75 мл (10 шт.)	N3132002
Заглушка для устройства сбора газов	N3134004
Устройство для вальцовки для стандартных емкостей для разложения 75 мл	N3132015
Устройство для вальцовки для стандартных емкостей для разложения 75 мл на 8 позиций	N3132014

Scheltec AG

Официальный представитель
PerkinElmer, Inc. в странах СНГ,
Грузии и Монголии

SchelTec
Total Laboratory

тел.: +7 (495) 935-8888
info@scheltec.ru
www.scheltec.ru