

Atomic Absorption

作者

Praveen Sarojam, Ph.D.

PerkinElmer

Global Application Center

Mumbai, India

AA800型原子吸收 光谱法测定土壤中的 微量营养元素

引言

农业土壤是植物的主要营养基。土壤物质是采矿和建筑行业的重要组成部分，是大部分建设项目的基础。土壤资源对环境以及食品和纤维生产都是至关重要的。废物处置管理都涉及有土壤内容。人类活动或自然过程导致了土地退化，削弱了土地功

能。土壤酸化、污染等是土地退化的重要组成部分。低程度的土壤污染常常是土壤容量的处置和同化，许多废物处理过程都依赖于土壤自净能力。超过土壤自净能力，将破坏土壤生物能力同时土壤功能受到限制。废弃的土壤常发生在工业污染严重或开发活动破坏土壤功能的区域，土地不能安全或高效的利用。土壤分析是衡量土壤肥力的有力途径，是保持植物健康和农作物产量的廉价方

式。标准土壤测试包括磷、钾、钙、镁、pH、阳离子交换容量、石灰需要指数和盐基饱和度。此外，可选测铁、锌、锰、可溶性盐和硝酸盐。土壤肥力每年随着生长季节而波动，通过添加肥料、有机肥、堆肥和石灰或硫化物，除了浸出都可以改变土壤矿物营养物质的数量和可利用性。此外，植物生长发育和农作物的丰收将导致土壤中大量的矿物质营养元素流失。土壤分析可以确定当前土壤肥力状况，为每年提供最佳肥力信息。

本研究主要是比较了Mehlich-I提取和微波消解对分析土壤样品中微量营养元素的性能。

实验部分

采用配有Winlab32TMAA6.5版本软件的珀金埃尔默AA800型原子吸收分光光度计(PerkinElmer, Inc., Shelton, CT, USA) (见图1)进行分析测定，软件提供了样品分析、报告和归档数据，并确保合规性。双光束光学系统和固态检测器提供了高的信噪比，氙灯背景校正消除了大部分的干扰。珀金埃尔默耐腐蚀雾化器可用于含氢氟酸的溶液，该雾化器已用于所有火焰原子吸收测定。单槽式空气-乙炔10厘米燃烧器用于所有的空气-乙炔实验。



Figure 1. PerkinElmer AAAnalyst 800 atomic absorption spectrophotometer.

土壤样品采用PerkinElmer Multiwave™ 3000型微波消解系统消解，该系统可配各种配件以优化样品消解。该研究中，配有8个100毫升PTFE-TFM材质的高压消解罐，PTFE-TFM材质在高温条件下相对于PTFE具有更强的机械性能。该消解罐能在60bar (870psi)，高达260°C的条件下工作，压力/温度传感器(P/T)也被用于该系统。P/T压力传感器能同时测量一个消解罐里的温度和压力。所有消解罐的温度都利用红外温度传感器进行了监测，该传感器是一个过热保护装置。

标准品、化学试剂和参考物质

PerkinElmer NIST®可溯源标准作为储备液用来制备工作标准。所有的工作标准用ASTM®1类水，Suprapur®级硝酸(Merck®, Germany)在聚丙烯小瓶(Merck®, Germany)体积稀释制备。移液枪和一次性吸头(Eppendorf®, Germany)。河水沉积物(Lot # 0800230)和土壤液(Lot#0733733)参考物质用于验证方法。5%硝酸介质多元素ICP标准购于Spex Certiprep®(New Jersey, USA)用做质量控制标准。其它的酸(硫酸，盐酸等)都是Suprapur级(Merck®, Germany)。



Figure 2. PerkinElmer Multiwave 3000 microwave digestion system.

样品制备

从三个不同地点采取代表性土壤样品，研磨过20目筛备用。称取5.0g风干，研磨并过筛样品置于锥形瓶中，加入20毫升提取液（0.05N盐酸+0.025N硫酸），然后磁力搅拌萃取20分钟，将提取液用Whatman®42号滤纸过滤到50毫升聚丙烯小瓶中，并稀释至50毫升，同时制备试剂空白。上述过程按照Mehlich-I提取步骤。

土壤微波消解方案按照美国EPA3052方法，该方法适用硅酸盐基质、有机基质和其它复杂基质样品的酸消解。通过微波辅助不同酸的组合能够对大多数基质样品进行完全消解。土壤样品称重后直接置于PTFE-TFM材质的消解罐里微波消解。称取大约0.1g重的样品置于消解罐，然后依次加入9毫升浓硝酸和3毫升氢氟酸。同时制备不含样品的试剂空白。消解罐密封置于Rotor 8XF100型微波消解，消解完成后消解液转移至50mL聚丙烯小瓶中，并用ASTM®1类水稀释至25mL备用。

结果与讨论

Mehlich-I萃取给出了土壤样品中微量营养元素可提取的含量，如果需要了解总量，微波消解样品是首选。校准曲线含有三个标准一个空白用于校准所有感兴趣的微量营养元素。WinLab 6.5版本软件带有质量控制程序，需要的最小相关系数为0.995。QC（质控样）用ICP级的多元素混标制备。质控样应在校准曲线分析完成后样品分析前和样品分析完成后进行，确保符合EPA的90-110%范围。河水沉积物和土壤液两个标

准物质用于验证方法，回收率令人满意。对选定的样本微波完全消解测定，结果列于表中。从表7可以清楚的看出两种消解过程金属离子的回收率不同。如预期的，Mehlich-I给出了土壤样品中可提取态的金属离子量，而微波消解给出离子总量，重复样结果一致。如果需要进一步表征土壤样品，可以按照监管机构的建议进行样品的收集和处理。

结论

利用AAAnalyst 800型原子吸收分光光度计建立了土壤样品中必须营养物质的顺序测定方法。火焰AA的灵敏度和准确度与优化的燃烧器位置和气体流量相关。不同元素的参数不同，需仔细优化以提高灵敏度降低或消除干扰。电动燃烧系统和气体流量控制精度都可以电脑自动控制调整。WinLab32软件允许每个元素的燃烧器位置和气体流速优化保存，然后在多元素顺序测定时使用每个元素优化好的参数。珀金埃尔默/安东帕多波3000型微波消解系统按照EPA3052方法消解土壤样品的能力被验证可行。该方法的检出限表明采用AAAnalyst 800型原子吸收分析复杂基质样品如土壤样品中微量营养元素是可行的。参考物质和加标回收率进一步验证了方法的准确性。

Table 1. Experimental Conditions of AAnalyst 800.

Element	Cu	Fe	Mn	K	Na	Mg	Zn
Wavelength (nm)	324.8	248.3	279.5	766.5	589	285.2	213.9
Slit (nm)	0.7	0.2	0.2	0.7	0.2	0.7	0.7
Mode	AA	AA	AA	AA	AA	AA	AA
Flame	Air-Ac	Air-Ac	Air-Ac	Air-Ac	Air-Ac	Air-Ac	Air-Ac
Burner Head	10 cm	10 cm	10 cm	10 cm	10 cm	10 cm	10 cm
Calibration	Linear through zero	Linear through zero	Linear through zero	Linear through zero	Linear through zero	Non linear through zero	Linear through zero
Lamp	HCL	HCL	HCL	HCL	HCL	HCL	HCL
Lamp current, mA	15	30	20	12	8	6	10
Standards (mg/L)	1.0, 2.5, 5.0	1.0, 2.5, 5.0	0.1, 0.25, 0.5	0.1, 0.25, 0.5	0.1, 0.25, 0.5	0.1, 0.25, 0.5	0.1, 0.25, 0.5
Spiked conc. (mg/L)	2.5	2.5	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25
Read Time (seconds)	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0
Replicates	3	3	3	3	3	3	3
Air Flow (L/min)	17.0	17.0	17.0	17.0	17.0	17.0	17.0
Acetylene flow (L/min)	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.3

Table 2. Results of Soil CRM analysis (Lot # 0733733).

Metal	Certified Value ($\mu\text{g/mL}$)	% Recovery in Solution (in HCl and H ₂ SO ₄)	% Recovery in Solution (in HNO ₃)
Cu	0.30	103.2	104.1
Fe	200.0	95.2	96.6
Mg	70.0	98.1	98.1
Zn	1.0	105.7	100.7
Na	70.0	105.6	98.4
K	200.0	95.4	95.2
Mn	0.10	103.5	102.7

Table 4. Results of QC Recoveries.

Metal	QC 1 (%) Extraction	QC 2 (%) Extraction	QC 1 (%) MDS	QC 2 (%) MDS
Cu	107.6	100.6	101.1	99.96
Fe	107.5	106.3	100.1	101.9
Mg	108	108	100.5	101.5
Zn	104.3	104.5	103.5	100.8
Na	100.9	99.96	100.2	98.8
K	99.2	91.4	98.8	97
Mn	101	104.9	99.64	96.6

Table 3. Results of River Sediment CRM Analysis (Lot # 0800230).

Metal	Certified Value ($\mu\text{g/mL}$)	% Recovery in Solution (in HCl and H ₂ SO ₄)	% Recovery in Solution (in HNO ₃)
Cu	1.00	102.5	105.8
Fe	1200	102.8	96.4
Mg	70.0	96.9	96.1
Zn	15.0	96.0	98.8
Na	50.0	101.6	93.8
K	150.0	100.0	98.9
Mn	8.0	96.1	102.8

Table 5. Results of Spike Recoveries.

Metal	Spike Recovery (%) for Extracted Sample	Spike Recovery (%) for Digested Sample
Cu	108.5	105.1
Fe	95.8	Conc. too high for spiking
Mg	97.7	98.8
Zn	102.8	100.4
Na	106.6	106.5
K	92.1	96.9
Mn	101.8	97

Table 6. Method Detection Limits (MDLs).

Metal	MDL (mg/kg)
Cu	0.08
Fe	0.31
Mg	0.009
Zn	0.013
Na	0.02
K	0.02
Mn	0.04

Table 7. Results of Soil Analysis.

Sample (mg/Kg)	Cu		Fe		Mg		Zn		Na		K		Mn	
	Extraction	MDS	Extraction	MDS	Extraction	MDS	Extraction	MDS	Extraction	MDS	Extraction	MDS	Extraction	MDS
Soil-1	26	257	2124	116305	408	4060	1.1	167	30	1424	379	3833	370	2268
Soil-1 duplicate	27	299	2255	131302	406	3720	1.1	191	37	1722	390	3815	387	2749
Soil-2	23	257	1489	126035	392	2138	1.1	170	35	1162	329	2068	259	2439
Soil-2 duplicate	22	312	1490	135730	383	1802	1.0	198	31	1121	309	1481	249	2640
Soil-3	15	248	418	134645	418	2975	0.3	119	25	562	104	2940	71	1907
Soil-3 duplicate	14	288	374	129465	412	2593	0.3	138	24	587	95	4442	82	2210

PerkinElmer, Inc.

珀金埃尔默仪器（上海）有限公司
 地址：上海 张江高科技园区 张衡路1670号
 邮编：201203
 电话：021-60645888
 传真：021-60645999
www.perkinelmer.com.cn



要获取全球办事处的完整列表，请访问<http://www.perkinelmer.com.cn/AboutUs/ContactUs/ContactUs>

版权所有 ©2012, PerkinElmer, Inc. 保留所有权利。PerkinElmer® 是PerkinElmer, Inc. 的注册商标。其它所有商标均为其各自持有者或所有者的财产。