

解决方案|ICP 法测定土壤中的钙、镁、钾、钠、铝、锰、铁含量

土壤是自然系统的重要组成部分，也是人类福祉的重要贡献者。土壤质量就是耕地质量，关系农业的可持续发展，家家户户的食品安全。土壤中钙、镁、钾、钠、铝、锰、铁等元素对植物生长必不可少。因此检测土壤中这些营养元素含量对土壤质量及指导农业生产意义重大。

ICP-AES（电感耦合等离子体发射光谱）具有灵敏、准确、快速、多元素测定和干扰少等优点，使之在元素分析中保持自己的优势，受到越来越多实验室及分析人员的青睐。钙、镁、钾、钠、铝、锰、铁检测原子吸收方法比较常见，但其测定相对比较繁琐。本文研究了土壤中的钙、镁、钾、钠、铝、锰、铁 ICP 测定方法，供相关人员参考。

实验部分

Quantima 电感耦合等离子体发射光谱仪；

硝酸；

盐酸；

氢氟酸；

高氯酸；

钙、镁、钾、钠、铝、锰、铁标准物质。

实验条件

El	nm	Power (w)	Neb (L/min)	Height (mm)	Plasma (L/min)	Aux (L/min)	Pump (RPM)	PMT (V)	Int. (s)	Reps	Bkgd Corr
Fe	259.940	1000	0.80	3.0	10.0	0.5	10	400	0.50	3	Dyn
Al	396.152										
Na	589.592										
Ca	445.478										
Mg	277.669										
Mn	257.610		350								
K	769.896		0.90					800			

样品前处理

称样 0.15g（精确至 0.0001）样于聚四氟乙烯烧杯中，加入 2mL 氢氟酸 2mL 高氯酸，2mL 硝酸，加盖，250℃电热板加热。加热至没有深色物质时，开盖，于 170℃电热板上加热赶酸，如有白色沉淀，添加 1~2mL 氢氟酸继续溶解赶酸。尽量赶至近干，至溶液物沉淀，呈橙黄色，均质，胶状，无流动性。加入 3mL 王水，120℃加热复溶，定容至 25 mL 塑料容量瓶。

实验结果

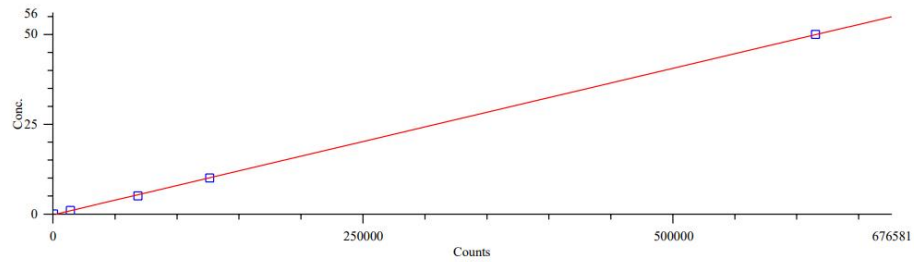
标准曲线

按照下表配置标准溶液，然后依次上机检测，绘制标准曲线，见下图：

标准溶液配制

元素	浓度 (mg/L)				
Fe	0	1.000	5.000	10.00	50.00
Al	0	1.000	5.000	10.00	50.00
Na	0	1.000	5.000	10.00	50.00
Ca	0	1.000	5.000	10.00	50.00
Mg	0	1.000	5.000	10.00	50.00
Mn	0	1.000	5.000	10.00	50.00
K	0	5.000	10.00	50.00	100.0

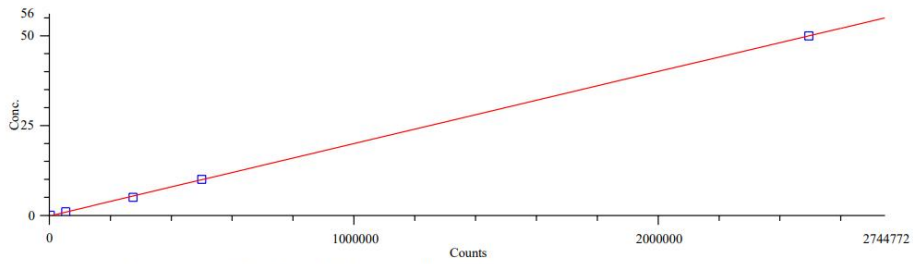
Fe II 259.940 nm (mg/L)



Standard	Counts	Real Conc	Calc Conc	% Diff
Standard2	615074	50.00	49.95	-0.0939
Standard3	126384	10.00	10.06	0.602
Standard4	68497.8	5.000	5.335	6.70
Standard5	13992.0	1.000	0.8853	-11.5
Blank	288.094	0	-0.2334	***

Calibration	C0	C1	R
Coefficients	-0.25687	8.163e-5	0.9999

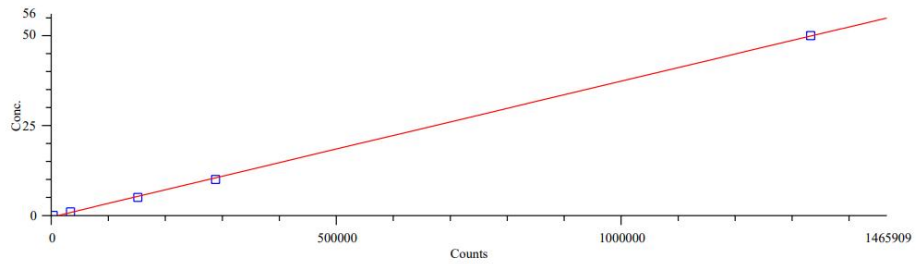
Al I 396.152 nm (mg/L)



Standard	Counts	Real Conc	Calc Conc	% Diff
Standard 2	2495250	50.00	49.99	-0.0284
Standard 3	500354	10.00	9.890	-1.10
Standard 4	274507	5.000	5.350	7.01
Standard 5	53134.1	1.000	0.9008	-9.92
Blank	2013.91	0	-0.1266	***

Calibration Coefficients C0 C1 R
 -0.16711 2.010e-5 0.9999

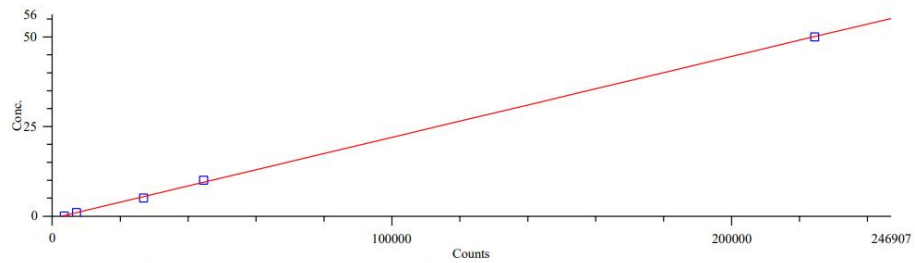
Na I 589.592 nm (mg/L)



Standard	Counts	Real Conc	Calc Conc	% Diff
Standard 2	1332640	50.00	49.89	-0.225
Standard 3	287893	10.00	10.41	4.10
Standard 4	151711	5.000	5.264	5.28
Standard 5	33501.0	1.000	0.7972	-20.3
Blank	2923.05	0	-0.3582	***

Calibration Coefficients C0 C1 R
 -0.46869 3.779e-5 0.9998

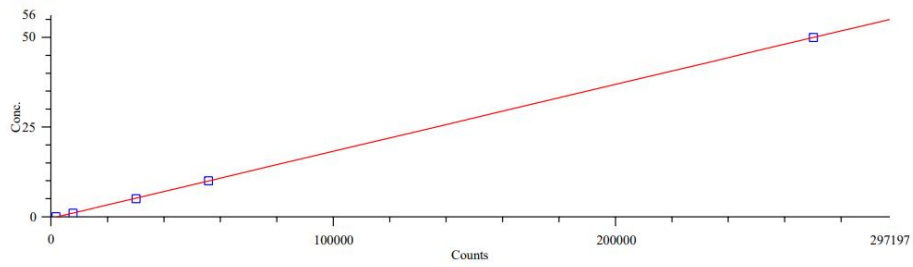
Ca I 445.478 nm (mg/L)



Standard	Counts	Real Conc	Calc Conc	% Diff
Standard 2	224461	50.00	50.06	0.129
Standard 3	44559.4	10.00	9.418	-5.82
Standard 4	26860.3	5.000	5.419	8.37
Standard 5	7109.37	1.000	0.9561	-4.39
Blank	3510.79	0	0.1430	***

Calibration Coefficients C0 C1 R
 -0.65021 2.259e-4 0.9997

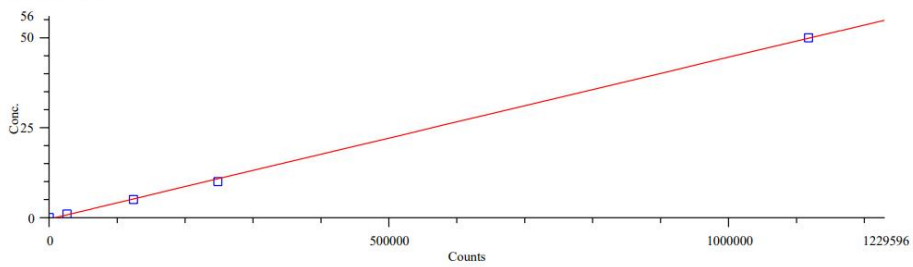
Mg I 277.669 nm (mg/L)



Standard	Counts	Real Conc	Calc Conc	% Diff
Standard 2	270179	50.00	49.99	-0.0233
Standard 3	55779.3	10.00	9.963	-0.373
Standard 4	30159.9	5.000	5.180	3.60
Standard 5	7791.91	1.000	1.004	0.407
Blank	1690.26	0	-0.1350	***

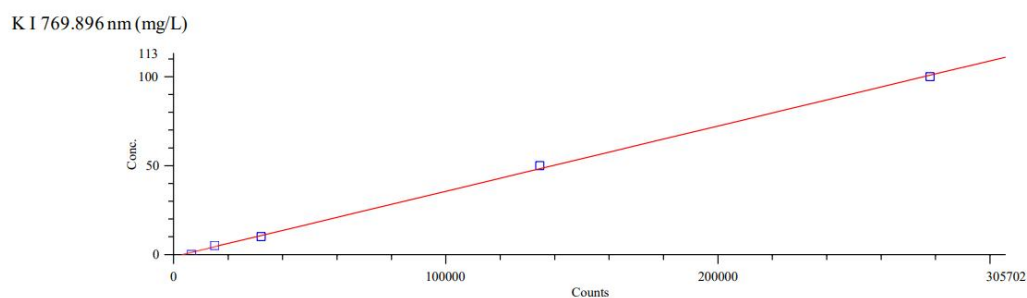
Calibration Coefficients C0 C1 R
 -0.45058 1.867e-4 1.000

Mn II 257.610 nm (mg/L)



Standard	Counts	Real Conc	Calc Conc	% Diff
Standard 2	1117810	50.00	49.83	-0.339
Standard 3	248066	10.00	10.72	7.23
Standard 4	123841	5.000	5.137	2.74
Standard 5	26026.8	1.000	0.7387	-26.1
Blank	65.4626	0	-0.4287	***

Calibration Coefficients C0 C1 R
 -0.43162 4.496e-5 0.9995



Standard	Counts	Real Conc	Calc Conc	% Diff
Standard 1	277911	100.0	100.8	0.833
Standard 2	134495	50.00	48.17	-3.66
Standard 3	32074.9	10.00	10.56	5.61
Standard 4	14799.0	5.000	4.218	-15.6
Blank	6627.55	0	1.217	***

Calibration Coefficients	C0	C1	R
	-1.21652	3.672e-4	0.9991

样品测试

将样品溶液按照标准曲线的实验条件直接上机测试，结果如下：

测得元素含量 (mg/kg)		测得元素氧化物含量 (%)	
Fe	67900	Fe ₂ O ₃	9.7
Al	90440	Al ₂ O ₃	17.083
Na	660.2	Na ₂ O	0.089
Ca	412	CaO	0.058
Mg	3777	MgO	0.63
Mn	508	Mn	0.051
K	17030	K ₂ O	2.052

实验总结

本文建立了利用电感耦合等离子体发射光谱法测定土壤中钙、镁、钾、钠、铝、锰、铁含量的方法。通过对实验条件的摸索与优化，实验证明，该方法具有操作简便、检出限低、准确度好等优点，可供相关人员参考使用。另实验中在样品处理阶段需要值得注意与思考的是：样品处理定容时，有时会产生沉淀，如有沉淀，测得值与真值相比差很多。