

# 使用 Agilent 4210 MP-AES 测定 DTPA 土壤提取液中存在的微量营养元素

## 应用简报

食品安全与农业

### 作者

Elizabeth Kulikov  
安捷伦科技公司  
澳大利亚



### 前言

微量营养元素分析是农业实验室针对植物发育和农作物产量评估土壤质量时经常执行的分析。可使用含有二乙烯三胺五乙酸 (DTPA) 等螯合剂的溶液将铜、铁、锰和锌等微量营养元素从土壤中提取出来。

实验人员通常使用火焰原子吸收光谱 (FAAS) 或电感耦合等离子体发射光谱 (ICP-OES) 测定土壤中的微量营养元素；然而，随着农业实验室在降低运行成本和提高安全性方面的压力不断增加，微波等离子体

原子发射光谱 (MP-AES) 作为以上技术的合适替代者已逐渐进入人们的视线。

### 使用 MP-AES 取代传统技术的原因

MP-AES 在分析土壤等环境样品方面的优势包括：

- 更低的运行成本和更高的安全性  
MP-AES 使用的氮气可由杜瓦瓶提供或使用 Agilent 4107 氮气发生器从空气中提取，因此无需使用乙炔等昂贵而危险的气体，从而可实现无人值守分析。MP-AES 是希望降低不断增加的运行成本或关注安全性的实验室的理想选择
- 针对难分析样品的出色分析性能  
稳定的微波等离子体能够分析复杂基质和水性溶液，例如含有高含量总溶解态固体 (TDS) 的 DTPA 土壤提取物或土壤消解物
- 多元素分析  
MP-AES 可提供比火焰原子吸收光谱更高的分析性能、更低的检测限和更宽的校准范围
- 简单易用  
MP-AES 使用直观的 MP Expert 软件和即插即用硬件，简化了仪器设置、方法开发和分析性能，只需简单培训即可轻松上手。此外，用户可在 MP expert 中利用预设模板创建针对具体应用的软件程序，进一步简化分析

本应用简报介绍了使用 Agilent 4210 MP-AES 对 DTPA 土壤提取液中的微量营养元素 Cu、Fe、Mn 和 Zn 进行的分析。

## 实验部分

### 仪器

所有测量均由配有集成式加湿器附件和 SPS 4 自动进样器的 Agilent 4210 MP-AES 执行。该仪器采用标准样品引入系统，其中包括 Agilent OneNeb 系列 2 雾化器、双通道玻璃旋流雾化室和易安装炬管。仪器方法参数和分析物设置列于表 1 中。

表 1. Agilent 4210 MP-AES 仪器和方法参数

参数	值			
元素	Cu	Fe	Mn	Zn
波长 (nm)	324.754	259.940	257.610	213.857
雾化器	OneNeb 系列 2			
雾化器流速 (L/min)	0.75			
泵速 (rpm)	15			
样品泵管	橙色/绿色 Solvaflex			
废液泵管	蓝色/蓝色 Solvaflex			
读取时间 (s)	3			
重复次数	3			
样品提升延迟 (s)	35			
冲洗时间 (s)	20			
稳定时间 (s)	10			
背景校正	自动			
气源	杜瓦瓶氮气			

### 标准品和样品前处理

提供干燥并磨碎的土壤样品。提取溶液中含有 0.005 M 二乙烯三胺五乙酸 (DTPA)、0.01 M 二水合氯化钙 ( $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) 和 0.1 M 三乙醇胺 (TEA)。

将 1.97 g DTPA、1.47 g  $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  和 13.3 mL TEA 分别溶解于蒸馏水中并混合。使用浓盐酸将 pH 调节至 7.3，并加入蒸馏水使体积达到 1 L。

称取 10 g 土壤，并加入 20 mL DTPA 提取溶液。振荡 120 分钟后，用滤纸对样品进行过滤。

制备以下浓度的多元素校准标样：0.5、2.5 和 5.0 µg/mL Cu 和 Zn，5.0、25.0 和 50.0 µg/mL Mn 以及 25.0、50.0 和 100.0 µg/mL Fe。所有校准空白和标样均用 DTPA 提取溶液制备。

## 结果与讨论

### 工作浓度范围

获得了所有 4 种元素的线性校准结果，其中校准系数均大于 0.999（表 2），每个点的校准误差均小于 10%。作为示例，图 1 显示了 Cu 324.754 的校准曲线，每个校准点的校准误差列于表 3 中。

表 2. 波长与工作校准浓度范围

元素与谱线 (nm)	浓度范围 (µg/mL)	浓度系数
Cu 324.754	0.5-5	1.000
Fe 259.940	10-100	0.999
Mn 257.610	5-50	0.999
Zn 213.857	0.5-5	0.999

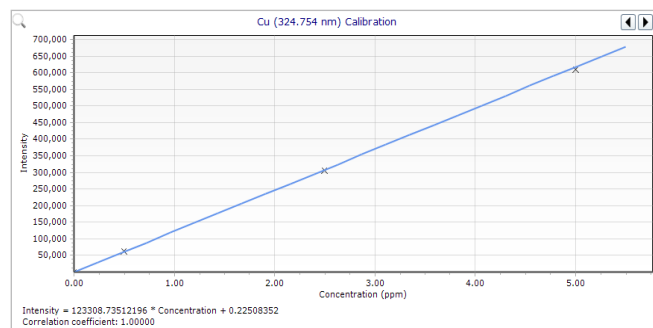


图 1. Cu 324.754 nm 的校准曲线在整个校准范围内表现出优异的线性，相关系数达到 1.00000

表 3. Cu 324.754 nm 各个校准点的校准误差 (%)

标准品	校准误差 (%)
空白	0.00
标准品 1	1.31
标准品 2	0.59
标准品 3	0.94

### 方法检测限

在分析运行中，利用 0.5 µg/mL 加标空白 DTPA 提取溶液的 10 次重复测量值确定 3σ 方法检测限 (MDL)。表 4 所示的结果是 3 次分析运行的平均值。

表 4. 用于对称样量 10 g 的 DTPA 提取处理样品进行分析和 MDL 测定的 Agilent 4210 MP-AES 元素波长

元素	波长 (nm)	MDL (mg/kg)
Cu	324.754	0.06
Fe	259.940	0.03
Mn	257.610	0.03
Zn	213.857	0.05

### 加标回收率

为验证方法准确性，向 DTPA 土壤提取液样品中分别加入浓度水平为 5、40、20 和 5 mg/kg 的 Cu、Fe、Mn 和 Zn。加标样品的回收率列于表 5。所有 4 种分析物的回收率结果均在预期值的 ±10% 内，表明该方法对应用的适应性。

表 5. DTPA 土壤提取液样品中所有元素的 Agilent 4210 MP-AES 加标回收率

元素与谱线 (nm)	DTPA 土壤提取液样品 (mg/kg)	加标浓度 (mg/kg)	浓度测定值 (mg/kg)	回收率 (%)
Cu 324.754	0.43	5	4.58	92
Fe 259.940	22.81	40	36.46	91
Mn 257.610	6.56	20	18.09	90
Zn 213.857	0.23	5	4.62	92

### 长期稳定性

通过在 3 小时的连续测量中对 DTPA 土壤提取液样品每 2 分钟左右测量一次，来分析 Agilent 4210 MP-AES 的长期稳定性。图 2 显示该方法获得了出色的稳定性，所有元素在 3 小时内的测量精密度均 < 2% RSD（见表 6）。

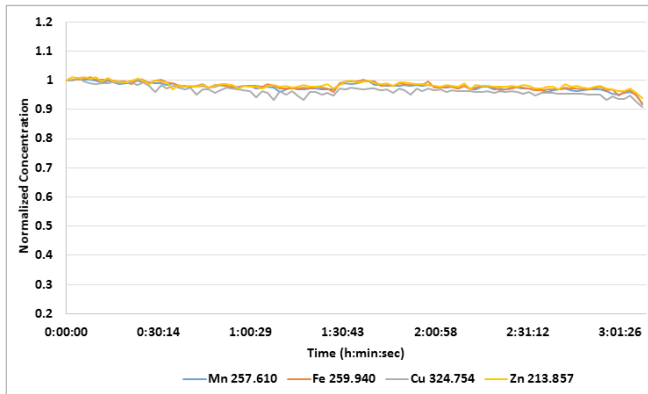


图 2. 3 小时中测得的 DTPA 土壤提取液样品中 Cu、Fe、Mn 和 Zn 的归一化浓度

表 6. DTPA 土壤提取液样品中 Cu、Fe、Mn 和 Zn 的 Agilent 4210 MP-AES 长期稳定性结果 (%RSD)

元素	波长 (nm)	%RSD
Cu	324.754	1.77
Fe	259.940	1.45
Mn	257.610	1.38
Zn	213.857	1.21

## 结论

本研究证明了 Agilent 4210 MP-AES 适用于对 DTPA 土壤提取液样品中的微量营养元素进行经济高效的分析。由于微波等离子体利用氮气维持，因此无需使用昂贵的可燃性气体，从而降低了运行成本，并提高了实验室安全性。与 FAAS 相比，MP-AES 的高温等离子体 (5000 K) 具有更高的样品基质耐受性、更低的检测限和更宽的工作浓度范围。

本研究中使用的方法显示出：

- 高分析性能以及出色的 MDL，所有元素的加标回收率均在目标值的  $\pm 10\%$  内
- 在较宽浓度范围内具有出色的线性
- 出色的长期稳定性，3 小时期间的 RSD 小于 2%

查找当地的安捷伦客户中心：  
**[www.agilent.com/chem/contactus-cn](http://www.agilent.com/chem/contactus-cn)**

免费专线：  
**800-820-3278, 400-820-3278 (手机用户)**

联系我们：  
**[LSCA-China\\_800@agilent.com](mailto:LSCA-China_800@agilent.com)**

在线询价：  
**[www.agilent.com/chem/erfq-cn](http://www.agilent.com/chem/erfq-cn)**

**[www.agilent.com](http://www.agilent.com)**

安捷伦对本资料可能存在的错误或由于提供、展示或使用本资料所造成的间接损失不承担任何责任。

本资料中的信息、说明和指标如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技（中国）有限公司，2016

2016年9月1日，中国出版

5991-7250CHCN