

doi:10.3969/j.issn.2095-1035.2015.01.017

# 电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES) 测定螯合肥中的螯合铁含量

刘伟<sup>1,2</sup> 庞世花<sup>1,3</sup> 刘阳<sup>1</sup>

(1 金正大生态工程集团股份有限公司; 2 农业部植物营养与新型肥料创制重点实验室; 3 国家缓控释肥工程技术研究中心, 山东 临沭 276700)

**摘要** 选用 HCl(2%) 处理螯合铁样品, 建立了电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES) 快速测定螯合铁含量的方法, 实验确定了最佳测定条件, 采用标准曲线法为定量依据, 得出样品的相对标准偏差(RSD) 为 0.42% (n=6), 加标回收率为 98.48%~99.43%。建立的方法处理样品简单、快速, 测定结果准确可靠, 令人满意。

**关键词** 电感耦合等离子体原子发射光谱法; 螯合铁

中图分类号: O657.31; TH744.11 文献标志码: A 文章编号: 2095-1035(2015)01-0059-03

## Determination of Chelated Iron Content in Chelated Fertilizer by Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometry(ICP-AES)

LIU Wei<sup>1,2</sup>, PANG Shihua<sup>1,3</sup>, LIU Yang<sup>1</sup>

(1. Kingenta Ecological Engineering Group Co., Ltd.,

2. Key Laboratory of Plant Nutrition and New Fertilizer R&D, Ministry of Agriculture, P. R. China,

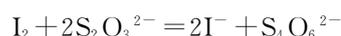
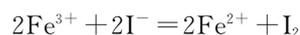
3. National Engineering Technology Research Center For SCRF, Linshu, Shandong 276700, China)

**Abstract** A method for the determination of chelated iron in chelated fertilizer was established by the inductively coupled plasma atomic emission spectrometry (ICP-AES). The samples were pretreated with 2% HCl. The optimized experimental conditions were obtained using the standard curve method as the basis of quantitative analysis. The results showed that the relative standard deviations (RSDs) were 0.42% (n=6) with 98.48%~99.43% recoveries. The proposed method has simple operation, fast analytical speed and accurate results for fertilizer analysis with satisfactory results.

**Keywords** ICP-AES; chelated iron

### 0 前言

国家标准方法<sup>[1]</sup>中测定铁含量用碘量法: 乙二胺四乙酸铁钠在强酸性条件下, 游离出的 Fe<sup>3+</sup> 与过量碘化钾定量反应生成并析出 I<sub>2</sub>, 析出的 I<sub>2</sub> 再用硫代硫酸钠标准溶液滴定。



但此方法中测定的铁为游离的 Fe<sup>3+</sup>, 而通过电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES) 不仅能测定游离铁, 而且能测定螯合态铁含量, 并且还具检出限低、基体效应小、精密度高、灵敏度

收稿日期: 2014-08-25 修回日期: 2014-12-10

基金项目: “十二五”国家科技支撑计划, 缓控释肥产业化技术集成与示范项目(2011BAD11B02)资助

作者简介: 刘伟, 男, 助理工程师, 主要从事新型肥料的研发。E-mail: 740077859@qq.com

高、线性范围宽以及多元素同时分析等诸多优点<sup>[2-4]</sup>。实验使用 ICP-AES 法测定螯合铁含量,建立了快速准确测定螯合肥的新方法,满足生产工艺的需求。

## 1 实验部分

### 1.1 仪器与试剂

ICP-7510 型电感耦合等离子体原子发射光谱仪(日本岛津公司)。

盐酸为分析纯,实验用水为二次去离子水。

铁标准溶液(100 mg/L):准确移取 10 mL 铁标准储备溶液(1 000 mg/L,购自国家标准研究所)于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度线,摇匀。

### 1.2 仪器工作条件

高频功率 1 200 W,冷却气流量 14.0 L/min,等离子体气流量 1.20 L/min,载气流量 0.70 L/min,溶剂冲洗时间 10 s,样品冲洗 60 s,重复 3 次。

### 1.3 实验方法

#### 1.3.1 试样的制备与检测

称取 0.500 0 g 螯合肥样品置于 250 mL 烧杯中,加水待溶解完全后移入 250 mL 容量瓶中,用去离子水定容至刻度线,摇匀。准确吸取 5 mL 试样溶液于 100 mL 容量瓶中,加入 4 mL HCl(2%)溶液,用水定容待测。在样品中加入 5 滴磺基水杨酸(2%),未出现紫红色,说明样品中没有游离的  $\text{Fe}^{3+}$  存在,而铁的存在形式为螯合态。

#### 1.3.2 标准曲线的配制

分别准确吸取铁标准溶液 0,2,6,10,20 mL 于 100 mL 容量瓶中,各加入 4 mL HCl(2%)溶液,用水定容至刻度线,摇匀待用,其铁浓度分别为 0,2,6,10,20 mg/L。

## 2 结果与讨论

### 2.1 最佳分析线

遵循灵敏度高、背景低、基体效应低的原则选择 259.940 nm 为第一分析线。

### 2.2 铁标准工作曲线

由于基体效应的存在,因此在配制铁工作曲线时应保证标准溶液和待测溶液基体相匹配,故图 1 结果显示铁标准溶液在 0~20 mg/L 范围内线性良好,其相关系数为 0.999 99。

### 2.3 酸度的影响

为了考察酸度对分析结果的影响,在待测螯合铁样品溶液中加入不同浓度的 HCl 溶液。实验结

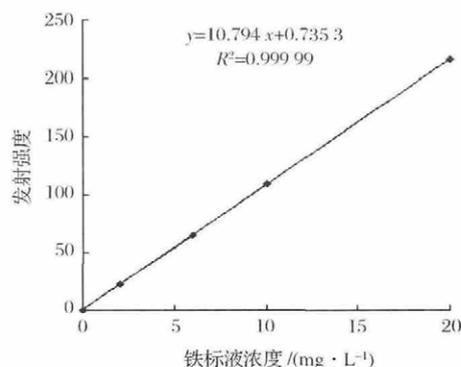


图 1 铁标准工作曲线

Figure 1 Standard curve of iron.

果表明,随 HCl 浓度的不断增加,铁的谱线强度逐渐降低,因此铁含量也相应的减少。分析原因是随着酸度的增加,螯合态铁发生酸解导致试样粘滞性增大,从而使测定的铁含量降低,因此在试样溶液中加入的酸量应尽量减少。实验选择使用 HCl(2%)溶液。

### 2.4 放置时间的影响

ICP-AES 法测定螯合铁主要是物理干扰,其中包括基体、放置时间和背景。基体干扰只要注意基体匹配,即铁标准溶液、待测溶液与样品中酸的浓度保持一致即可消除对螯合铁测定的影响。放置时间的长短可能引起酸度的变化,从而影响螯合铁的含量,因此本实验将同一试样溶液 A(13.45 mg/L)和 B(13.50 mg/L)分别在 0,48,84 h 后测定,结果发现随着放置时间的增加,铁含量不断增大,原因是酸度不断降低所致,具体实验结果见表 1。而对于背景干扰问题,本实验采用加大样品稀释倍数的方法,从而消除背景干扰的影响。

表 1 不同放置时间铁含量测定结果

Table 1 Analytical results of iron contents by different place time /( $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ )

样品编号	0 h	48 h	84 h
A <sub>1</sub>	13.43	13.46	13.48
A <sub>2</sub>	13.48	13.51	13.54
B <sub>1</sub>	13.48	13.59	13.70
B <sub>2</sub>	13.50	13.68	13.83

### 2.5 精密度实验

在最佳工作条件下,选取铁浓度为 6 mg/L 标准溶液分别测定 6 次,结果见表 2,测得相对标准偏差 RSD 为 0.42%(<1%),说明此方法测定重复性好,精密度高。

表 2 精密度实验

Table 2 Precision tests of the method( $n=6$ ) /%

元素	测量值			平均值	相对标准偏差 RSD
Fe	6.07	6.08	6.03	6.05	0.42
	6.04	6.04	6.02		

### 2.6 加标回收实验

准确移取 5 mL 样品溶液于 250 mL 容量瓶中, 分别加入一定量的铁标准溶液定容摇匀, 按照上述方法用 ICP-7510 仪进行测量, 结果见表 3。

表 3 加标回收率实验

Table 3 Recovery tests of the method

/( $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ )

测定值	加标量	测定总量			平均值	平均回收率
5.37	6.00	11.29	11.27	11.28	11.28	98.48
	10.00	15.23	15.31	15.33	15.29	99.20
	12.00	17.33	17.30	17.28	17.30	99.43

### 2.7 方法比较

ICP-AES 测定方法与 GB22557—2008 中碘量法铁含量测定对比如表 4。

表 4 ICP-AES 法与碘量法测定结果比较

Table 4 Comparison of the analytical results between ICP-AES method and iodimetry

/( $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ )

元素	方法	测量值			平均值
Fe	ICP-AES 法	13.43	13.48	13.48	13.46
	碘量法	13.42	13.51	13.45	13.46

### 3 结语

研究表明, 实验采用 ICP-AES 法与碘量法测定铁含量结果基本一致, 不过前者测定的是螯合态含量, 后者是游离态含量。而且 ICP-AES 法不仅

简单, 快速, 还准确可靠, 是测定螯合肥的新方法, 满足生产工艺的需求。

### 参考文献

[1] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 GB22557—2008 食品添加剂 乙二胺四乙酸铁钠[S]. 北京: 中国标准出版社, 2009.

[2] 阮桂色. 电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)技术的应用进展[J]. 中国无机分析化学, 2011, 1(4): 15-18.

[3] 陈美娜, 罗仕莲, 黄中越. 电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES)测定铁镍软磁合金中的镍[J]. 中国无机分析化学, 2012, 2(4): 56-58.

[4] 王娜, 张敏, 刘鹏. 电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES)测定食品添加剂磷酸二氢铵中砷和铅[J]. 中国无机分析化学, 2013, 3(3): 61-63.