

楼土速效磷流动注射分析研究

A Study on Determination of Fast Phosphate in Loutu

Soil by Flow Injection Analysis (FIA)

张富仓 巨晓棠 王国防

(干旱中心)

(基础部)

Zhang Fucang Ju Xiaotang Wang Guofang

(The Research Center in Arid and Semiarid Areas (Department of Basic Course the the Northwestern Agricultural University) Northwestern Agricultural University)

关键词 流动注射分析 (FIA), 楼土

Key words: flow injection analysis (FIA), loutu soil

流动注射分析(FIA)是70年代以来发展起来的一种快速、高灵敏度、高准确度的微量分析技术,已在工农业、环境科学、医药卫生等领域中得到广泛的应用^[1-2]。关于土壤速效磷的FIA测定,1980年孙励敬等已作过报道^[3],但仪器的差异和各地土壤的特点,使该法在具体实验室应用时,需作进一步的引进和探索。我们对瑞典制造的FIA 5020型流动注射分析仪测磷的性能进行了研究,确定了样品浓度、进样时间、进样体积和反应管长度对分析灵敏度、准确度的影响,测定速度达每小时130样次。同时采集武功、澄城楼土样品,用Olsen法浸提,浸提液用FIA法和常规钼锑抗比色法测定速效磷,对其结果进行比较检验,以期用FIA法代替常规分析法。

1 试验设备和方法

1.1 仪器

(瑞典Tecator 5020型双泵四通道流动注射分析仪;5023型分光光度计;5032型打印机;5007型自动进样器;5022型检测控制器;用组合块I型作反应池,连接和反应管道为聚四氟乙烯管。

1.2 试剂

0.6%钼酸铵溶液:用去离子水溶解3g分析纯钼酸铵,1g酒石酸,加11mL浓硫酸,再稀释至500mL。

0.1%氯化亚锡溶液:用1.25mL浓盐酸溶解0.2g分析纯氯化亚锡,然后稀释至200mL,随配随用。

100ppm P_2O_5 贮备液:用去离子水溶解0.1917g分析纯磷酸二氢钾,再稀释至100mL。

磷酸二氢钾标准溶液:用100ppm P_2O_5 贮备液稀释至浓度分别为0.08,0.16,0.24,

文稿收到日期:1989-11-30

0.32, 0.40 ppm。

1.3 实验流路

泵 I: $T_1 = T_2 = 0$; 泵 II: $T_1 = T_2 = 0$; $In_1 = 1$; Mode = 1;

增益系数 = 1.000; 波长 = 692nm。

测磷的系统流路如图 1。

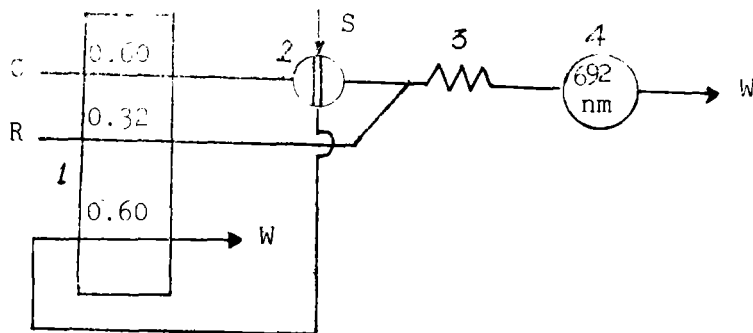


图1 测磷分析流路示意图

C——0.6%钼酸铵溶液; R——0.1%SnCl₂溶液;
S——样品; W——废液池; 1——恒流泵; 2——注射阀;
3——反应管; 4——检测器; 反应管长 $L = 20\text{cm}$

1.4 操作方法

按说明书^[4]上的操作步骤进行仪器组装和实验, 标准曲线和测定按探索好的条件进行。

2 结果与分析

2.1 样品浓度的选择

配制0.02ppm至2.0ppm P_2O_5 的系列标准溶液。测定发现, P_2O_5 浓度低于0.02ppm时受背景值的影响, 误差较大。浓度高于1.6ppm时, 超过仪器的测定范围, 使仪器不能自我校正, 故样品 P_2O_5 的浓度 VAL(mv) 应在0.04~1.2ppm之间。

2.2 进样时间或体积的选择

把进样时间键打到“ $T_{inj} = 0$ ”就可从1到99s选择进样时间。选0.16ppm P_2O_5 溶液为样品, 分别以1, 2, 3, 4, 5, 7, 10s进样, 发现进样时间较短时对样品的灵敏度影响较大, 如图2。考虑到固定时间的影响和必要的灵敏度, 我们选用进样时间为10s, 即操作时将 T_{inj} 拨到 $T_{inj} = 1$ 。

2.3 反应管道长度的影响

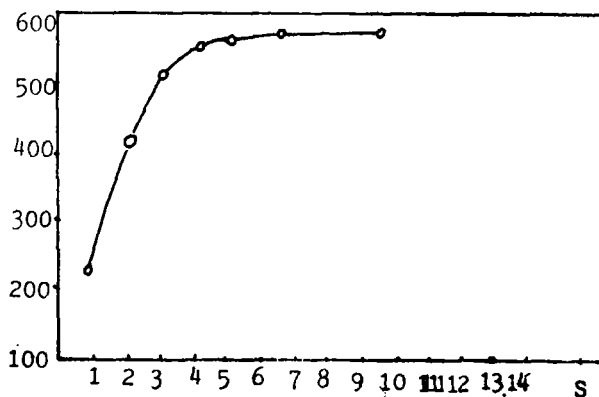


图2 进样时间对灵敏度的影响

S—进样时间(s); VAL—峰高(mv)

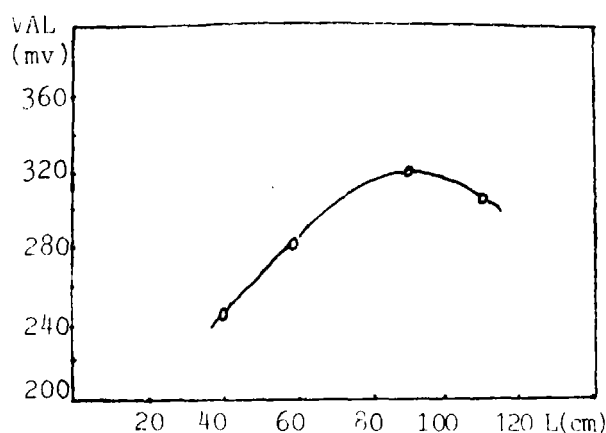


图3 反应管长对灵敏度的影响
L——反应管长 (cm), VAL——峰高 (mv)

流动注射分析速度快是一大优点,它是基于显色反应未达平衡前,就去测定流动体系中部分反应生成物的吸光值来求得样品的浓度。为确定适宜的管长,我们选用0.08ppm溶液的样品,在 $T_{i,j}=1$ 的条件下,分别以40,60,90,110cm反应管长进样,反应管长和灵敏度的关系如图3。图3表明,最佳管长为40~90cm,为使单位时间内分析更多的样品,应选用40cm管长。

3 测定应用

我们采集武功、澄城不同肥力土壤耕层样品,风干磨细通过1mm筛孔,取每种土样5g加入100mL 0.5M NaHCO_3 浸提剂,振荡30min,过滤取浸提液10mL,加入2N H_2SO_4 溶液2.5mL摇匀,静置30min,用流动注射分析仪测定速效磷含量。同时用常规钼锑抗比色测定,结果如下表。将两种方法所测结果进行配对 t 检验得: $t=1.577 < t_{0.05}=2.13$,说明两种方法测定结果无显著差异。

FIA法和钼锑抗比色法测定结果比较表

n	测值 (P_2O_5 ppm)		差值 $d(x_1 - x_2)$
	FIA法 x_1	钼锑抗法 x_2	
1	5.10	4.60	+0.50
2	3.20	3.50	-0.30
3	7.20	7.00	+0.20
4	9.50	10.0	-0.50
5	14.0	13.5	+0.50
6	12.6	13.2	-0.60
7	4.60	4.50	+0.10
8	4.90	4.80	+0.10
9	15.0	15.0	0.00
10	10.0	9.50	0.50
11	10.0	10.2	-0.20
12	10.7	10.5	+0.20
13	10.3	9.75	+0.55
14	13.00	12.20	+0.80
15	6.50	5.60	+0.90
Σx	136.60	133.80	+2.75
$\bar{x}$	9.106	8.923	0.183

为了确定FIA测试的再现性,我们对同一土壤浸提液连续测定25次,其 P_2O_5 的平均含量为10 ppm, $C.V=1.5\%$,变异系数很少,表明FIA测定具有很高的稳定性。

综上所述,在选择条件下,测定土壤速效磷可用具有快速、准确、灵敏度高的FIA法替代耗时、费力的钼锑抗比色法。

本文承蒙薛澄泽教授审阅,特此致谢,

参考文献

- 1 方肇伦等. 仪器分析在土壤学和生物学上的应用. 科学出版社, 1983
- 2 Ruzicka J et al. *Anal chim Acta*, 1978 99 (37)
- 3 孙励敬, 高瞻. 分析化学. 1980, 9(5), 586—588
- 4 特卡托应用简报ASTN9/84.