

Application Note

Анализ удобрений на ICPE-9000



■ Анализ удобрений

Согласно закону о контроле за удобрениями, большинство производимых из илов удобрений, являются объектом обязательной сертификации, как по минимальному составу исходных компонентов, так и по максимальному содержанию вредных веществ. Поэтому, на производстве необходимо постоянно контролировать качество удобрений по обеим категориям. В этом приложении описывается проведение анализа состава микрокомпонентов на многопрофильном ИСП эмиссионном спектрометре ICPE-9000, поскольку он соответствует необходимым требованиям точности, чувствительности и по динамическому диапазону измерений.

Таблица 1 Максимальные содержания вредных веществ в удобрениях (%)

	Мышьяк	Кадмий	Ртуть	Никель	Хром	Свинец
Максимальное содержание (%)	0.005	0.0005	0.0002	0.03	0.05	0.01

■ Образцы

- Образец А: ферментированный ил
- Образец В: термообработанный ил
- Образец С: стандарт удобрения

(Предоставлено независимым агентством "Fertilizer and Feed Inspection Services")

■ Пробоподготовка

- (1) Выполнить озоление 5 г образца в муфельной печи, в течении 24 часов при температуре 400°C.
- (2) Добавить царской водки и проводить разложение на плитке до образования влажных солей.
- (3) Добавить 50 мл соляной кислоты (1:5) и нагреть.
- (4) Довести до объема 200 мл.
- (5) Добавить внутренний стандарт Y (иттрий) к 50 мл раствора, довести до объема 100 мл водой высокой чистоты.
- (6) К 50 мл раствора, приготовленного на стадии (4), добавить внутренний стандарт Y (иттрий), раствор стандарта и довести до объема 100 мл водой высокой чистоты. Полученный раствор использовать для контроля точности и сходимости.

■ Калибровочные растворы

Калибровочные растворы готовятся из опорных растворов (1000 мг/л) разбавлением водой высокой чистоты до нужной концентрации.

■ Измерения

На ICPE-9000 проведены измерения приготовленных образцов, а также растворов для оценки точности и воспроизводимости измерений. Более того, все измерения продублированы на последовательном спектрометре высокого разрешения ICPS-8100.

■ Настройки прибора

Спектрометр	:ICPE-9000
Мощность RF генератора	:1.2 (кВт)
Охлаждающий газ	:14 (л/мин)
Плазмообразующий газ	:1.2 (л/мин)
Газ-носитель	:0.8 (л/мин)
Система ввода пробы	Коаксиальный распылитель
Распыление пробы	:1.0 (л/мин)
Распылительная камера	:Циклонного типа
Дополнения	:Горелка для высоких

приложения концентраций солей
 Направление обзора : Аксиальное/
 Радиальное

показатели сходимости измерений, полученные на ICPE-9000 и ICPS-8100. На обоих приборах получены прекрасные результаты.

На рис. 4 показаны контуры спектральных линий, на рис. 5 калибровочные зависимости.

■ Результаты

На рисунках с 1 по 3 показаны результаты полуколичественного анализа. В зависимости от типа удобрений обнаружены высокие содержания кальция, алюминия, фосфора и серы. Часто существует опасность завышения результатов анализа из-за присутствия высоких концентраций сопутствующих элементов. В таблице 3 приведены результаты количественного анализа и

■ Литература

- Fertilizer Management Law (Law No. 127, May 1, 1950, Revised Law No. 150 December 1, 2004)
- Fertilizer Analysis Methods (Ministry of Agriculture, Forestry and Fisheries, National Institute of Agro-Environmental Sciences, 1992 Revision)

Таблица 3 Результаты анализа удобрений

Элемент	Образец	Удобрение А			Удобрение В			Удобрение С		
	Модель	ICPE-9000		ICPS-8100	ICPE-9000		ICPS-8100	ICPE-9000		ICPS-8100
	Пределы обнаружения	Измеренное значение	Сходимость	Измеренное значение	Измеренное значение	Сходимость	Измеренное значение	Измеренное значение	Сходимость	Измеренное значение
мг/кг	мг/кг	%	мг/кг	мг/кг	%	мг/кг	мг/кг	%	мг/кг	
As	2	5	100	(4)	16	96	(15)	< 2	110	(1)
Cd	0.02	1.4	94	(1.3)	4.1	98	(4.2)	0.7	103	(0.8)
Cr	0.1	45.2	96	(45.0)	47.0	97	(48.9)	20.1	99	(20.8)
Cu	0.06	226	107	(231)	603	107	(597)	3.1	98	(2.9)
Ni	0.1	21	94	(21)	111	100	(110)	4	101	(4)
Pb	0.3	14	94	(15)	35	93	(36)	4	96	(6)
Ti	0.008	37	102	(38)	270		(268)	34	102	(35)
Zn	0.1	574	94	(569)	2160	94	(2100)	41	92	(43)

Показатель сходимости: Сходимость в (%) по результатам измерений образцов с добавленными стандартами.

Fertilizer A/80

1000 mg/L or greater	Ca 1880					
1 mg/L or greater	Al 780	Ba 2.7	Cu 10	Fe 290	K 18	Mg 150
	Mn 4.5	Na 14	P 228	S 77	Si 6.4	Zn 4.5
1 µg/L or greater	B 580	Cr 810	Gd 130	La 130	Ni 330	Sc 18
	Sr 810	Ti 290	V 67	Y 59	Zr 18	
Up to 1µg/L						
Below Detection Limit µg/L	Ag < 8800	As < 2000	Au < 210	Be < 1.7	Bi < 1100	Cd < 110 +
	Ce < 220	Co < 120	Dy < 31	Er < 70	Eu < 12	Ga < 460
	Ge < 940	Hf < 340	Hg < 42	Ho < 28	I < 4900	In < 650
	Ir < 3800	Li < 620	Lu < 300	Mo < 290	Nb < 340	Nd < 180
	Pb < 850	Pd < 2100	Pr < 150	Pt < 3300	Re < 400	Rh < 700
	Ru < 1100	Sb < 1100	Se < 1700	Sm < 120	Sn < 710	Ta < 620
	Tb < 60	Te < 2200	Th < 6700	Tl < 930	Tm < 26	U < 2300
	W < 660	Yb < 8.6				

Рис. 1 Результаты полуколичественного анализа**Fertilizer B/80**

1000mg/L or greater	Al 1500					
1mg/L or greater	Ba 3.3	Ca 630	Cu 8	Fe 130	K 18	Mg 130
	Mn 5.6	Na 86	Ni 1.6	P 662	S 19	Si 7.8
	Sr 1.1	Ti 2.0	Zn 15			
1 µg/L or greater	Ag 110 +	B 940	Be 1.5	Cd 110 +	Co 300	Cr 890
	Gd 53	La 48	Mo 530	Nd 120	Sc 22	Sn 680
	V 140	W 600	Y 61	Yb 4.5	Zr 20	
Up to 1 µg/L						
Below Detection Limit µg/L	As < 1400	Au < 130	Bi < 750	Ce < 140	Dy < 20	Er < 45
	Eu < 6.9	Ga < 340	Ge < 560	Hf < 200	Hg < 34	Ho < 19
	I < 3300	In < 510	Ir < 3300	Li < 150	Lu < 13	Nb < 230
	Pb < 640	Pd < 74	Pr < 96	Pt < 3000	Re < 240	Rh < 460
	Ru < 730	Sb < 950	Se < 1400	Sm < 80	Ta < 330	Tb < 39
	Te < 1900	Th < 4700	Tl < 620	Tm < 17	U < 1400	

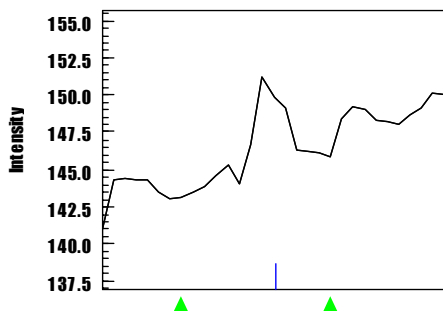
Рис. 2 Результаты полуколичественного анализа**Fertilizer C/80**

1000 mg/L or greater	S 1200					
1 mg/L or greater	Al 11 +	B 1.1	Ca 900	Fe 6	K 28	Mg 30
	Na 130	P 550	Sb 3.7	Sr 1.6		
1ug/L or greater	Ba 110	Be 2.3	Cr 270	Cu 280	Ge 470	La 53
	Mn 380	Mo 130	Ni 70	Sc 11	Si 960	Th 39
	Ti 260	U 950	V 120	Y 11	Zn 170	Zr 7.7
Up to 1µg/L						
Below Detection Limit µg/L	Ag < 3000	As < 960	Au < 60	Bi < 400	Cd < 27	Ce < 130
	Co < 48	Dy < 18	Er < 43	Eu < 6.2	Ga < 100	Gd < 32
	Hf < 120	Hg < 19	Ho < 16	I < 2700	In < 320	Ir < 1600
	Li < 230	Lu < 7.1	Nb < 24	Nd < 95	Os < 700 +	Pb < 320
	Pd < 66	Pr < 91	Pt < 410	Re < 89	Rh < 440	Ru < 110
	Se < 760	Sm < 74	Sn < 340	Ta < 120	Tb < 35	Te < 910
	Tl < 570	Tm < 15	W < 260	Yb < 3.8		

Рис. 3 Результаты полуколичественного анализа

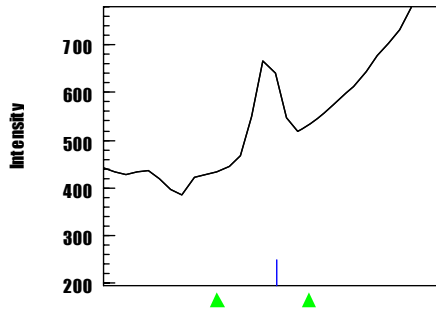
As 189.042 Best

Cond 1



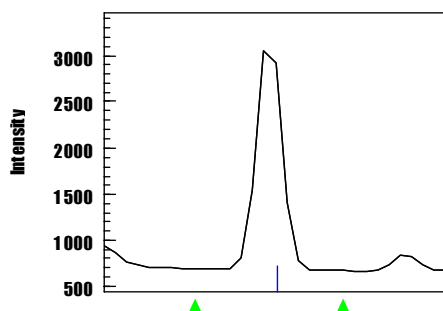
Cd 214.438 Best

Cond 1



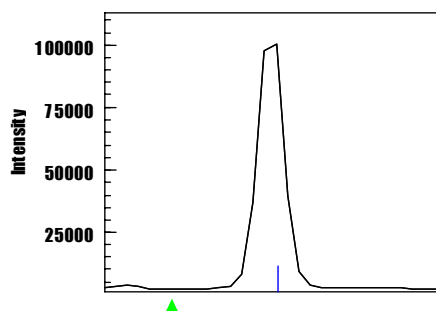
Cr 267.716 Best

Cond 1



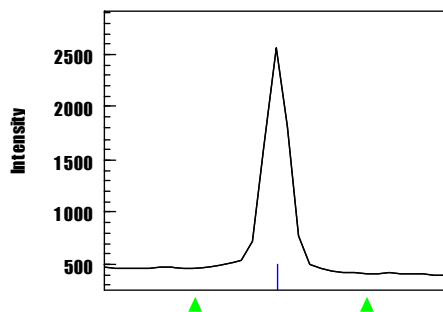
Cu 327.396 Best

Cond 1



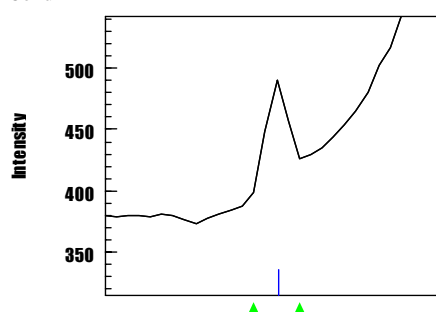
Ni 231.604 Best

Cond 1



Pb 220.353 Best

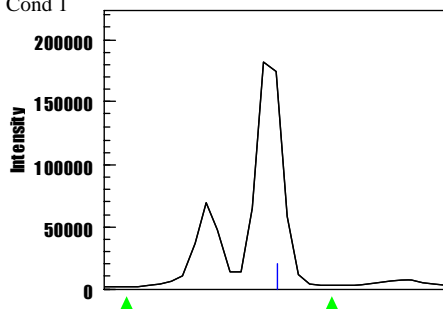
Cond 1



Ti 334.941 Best

U B B

Cond 1



Zn 206.200 Best

U B B

Cond 1

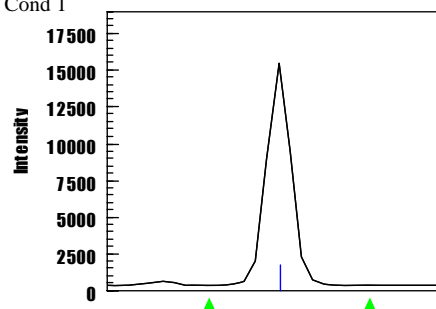
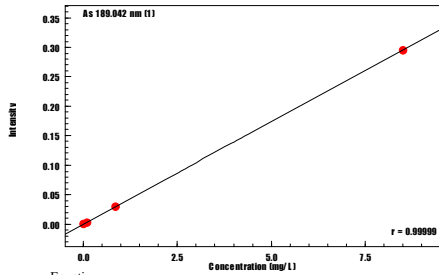
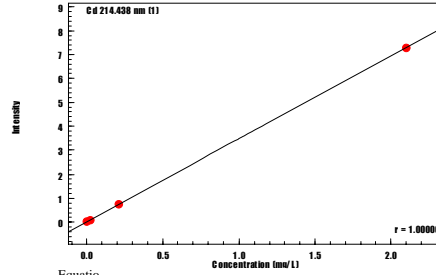


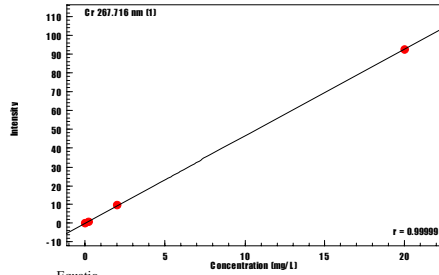
Рис. 4 Контурные спектральных линий удобрения В



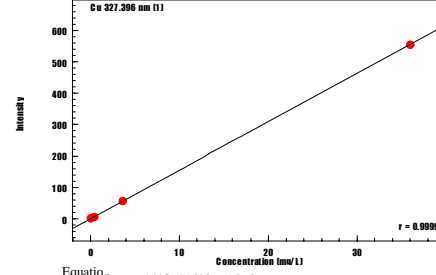
Equation: $Conc. = a \cdot I^3 + b \cdot I^2 + c \cdot I + d$
 n: $a = 0.0000000$ $c = 26.77915$ Weight: None
 $b = 0.0000000$ $d = -0.0174400$ Origin: None



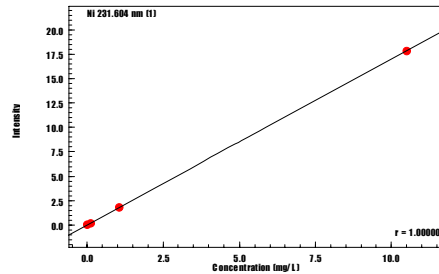
Equation: $Conc. = a \cdot I^3 + b \cdot I^2 + c \cdot I + d$
 n: $a = 0.0000000$ $c = 0.2885340$ Weight: None
 $b = 0.0000000$ $d = -0.0000112$ Origin: None



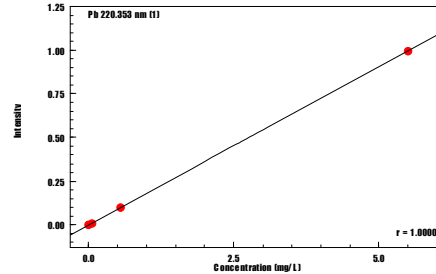
Equation: $Conc. = a \cdot I^3 + b \cdot I^2 + c \cdot I + d$
 n: $a = 0.0000000$ $c = 21.59019$ Weight: None
 $b = 0.0000000$ $d = -0.0310002$ Origin: None



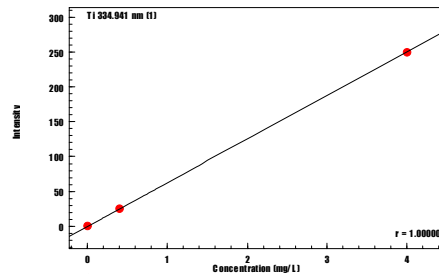
Equation: $Conc. = a \cdot I^3 + b \cdot I^2 + c \cdot I + d$
 n: $a = 0.0000000$ $c = 0.0043788$ Weight: None
 $b = 0.0000000$ $d = -0.0024004$ Origin: None



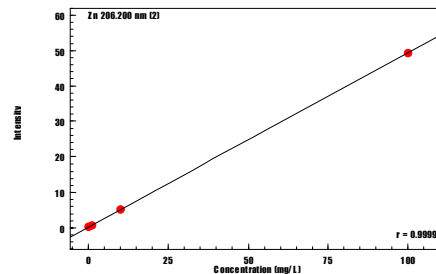
Equation: $Conc. = a \cdot I^3 + b \cdot I^2 + c \cdot I + d$
 n: $a = 0.0000000$ $c = 0.0727110$ Weight: None
 $b = 0.0000000$ $d = -0.0173006$ Origin: None



Equation: $Conc. = a \cdot I^3 + b \cdot I^2 + c \cdot I + d$
 n: $a = 0.0000000$ $c = 5.519127$ Weight: None
 $b = 0.0000000$ $d = -0.0022391$ Origin: None



Equation: $Conc. = a \cdot I^3 + b \cdot I^2 + c \cdot I + d$
 n: $a = 0.0000000$ $c = 0.0199710$ Weight: 1/I^2
 $b = 0.0000000$ $d = -0.0074300$ Origin: None



Equation: $Conc. = a \cdot I^3 + b \cdot I^2 + c \cdot I + d$
 n: $a = 0.0000000$ $c = 2.034232$ Weight: None
 $b = 0.0000000$ $d = -0.0173020$ Origin: None

Рис. 5 Калибровочные зависимости

The given specifications serve purely as technical information for the user. No guarantee is given on technical specification of the described product and/or procedures.