

电感耦合等离子体原子发射光谱法 测定小麦中的微量元素

李玉明, 伦会荣

(山东省第四地质矿产勘查院, 山东 潍坊 261021)

摘要:小麦是中国北方人的主要粮食作物,小麦中含有大量的对人体有益的微量元素,查明这些微量元素的含量对于人体健康具有非常重要的意义。电感耦合等离子体(ICP)测试微量元素具有灵敏度高的特点。该文利用ICP的特点,将小麦硝化分解后,测试小麦中的微量元素,使用美国生产 Optima 2100 DV 型电感耦合等离子体发射光谱仪,对小麦中人体有益的微量元素硼、铁、钙、镁及重金属污染指标铜、铅、锌进行测试,该方法具有样品的加标回收率和 RSD 较好,分析速度快、分析结果准确可靠的特点。

关键词:电感耦合等离子体;小麦;微量元素;ICP;超声波;硝化

中图分类号:S512.1

文献标识码:B

0 引言

小麦是世界最重要谷物资源之一,既是人类主要的食物资源,又是重要的工业原料,更是主要粮食作物之一。小麦中具特有的化学组成、独特的加工性能和丰富的营养成分。随着人们生活水平的提高,人们越来越注重营养的均衡的同时,也对粮食作物的污染程度日益关注。因此对粮食作物中对人体有益的微量元素(如硼、铁、钙、镁)以及重金属污染指标(如铜、铅、锌)进行的测试分析越来越多,精度要求也越来越高。电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES)因其灵敏度高、分析速度快、且能多元素同时测定等特点,被广泛应用于冶金、地质、环境等领域,现已成为各种物质中微量元素分析的重要手段^[1]。

该分析不但可以对粮食作物中的微量元素和重金属污染指标进行分析,而且分析精度高。该项研究中将美国生产 Optima 2100 DV 型电感耦合等离子体发射光谱仪应用于小麦的微量元素和重金属污染指标的分析中,分析结果表明:该方法具有样品的加标回收率和 RSD 较好,分析速度快、分析结果准

确可靠的特点。

1 实验部分

1.1 仪器及主要工作条件

美国生产 Optima 2100 DV 型电感耦合等离子体发射光谱仪。

氩气流量:冷却气体流量 18 L/min,载气流量 0.4 L/min,雾化器流量 0.8 L/min。

输出功率:1 400 W。

观察高度:横向 14.5 mm,纵向 0.5 mm。

观察窗口:轴向。

积分时间:2 s。

KQ 3200 B 超声波仪。

1.2 试剂

高氯酸(分析纯)、硝酸(有机纯)。

1.3 样品制备

将待测小麦用去离子水洗净,风干备用。称取小麦 5.00 g 于 500 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸和 10 mL 高氯酸,盖上表面皿,于超声波仪中加热消解,待溶液清亮后取出。于低温电热板加热至刚刚

* 收稿日期:2010-05-22;修订日期:2010-10-24;编辑:陶卫卫

作者简介:李玉明(1971—),男,山东沂水人,工程师,主要从事实验测试工作;E-mail:llh7986@sina.com。

出现高氯酸烟为止,取下冷却,加 5 mL 硝酸,水冲洗表皿及杯壁,于低温电热板上加热溶解试样。冲洗于 50 mL 容量瓶中,定容摇匀。同时做加标实验。取 5 mL 待测液于 50 mL 容量瓶中,加 4.5 mL 硝酸,9 mL 高氯酸,定容摇匀。用于测试样品中的 Ca, Mg, P 等的含量^[2]。

1.4 试样测试

1.4.1 各元素选定波长

各元素测定波长为推荐波长,该文直接采用仪器出厂时的推荐波长(表 1),能够达到样品分析所要求的分析灵敏度,这里就没有对元素的分析波长进行方法实验。

表 1 各元素测定波长 (nm)

元素	波长	元素	波长
B	249.677	Cu	327.393
Fe	238.204	Pb	220.353
Ca	317.933	Zn	206.200
Mg	285.213	P	213.617

1.4.2 各元素分析标准系列配制

标准溶液:各元素均用光谱纯金属或其化合物按常规方法配制成 1 mg/mL 的储备液,备用。标准溶液基体为 20% 的 HClO₄ 和 10% 的 HNO₃^[3]。各元素标准系列浓度值见表 2。

表 2 多元素混合标准溶液的浓度值 (mg/L)

元素	标 1	标 2	标 3
B	1	5	10
Fe	2	10	20
Ca	20	50	100
Mg	20	50	100
Cu	1	2	5
Pb	1	2	5
Zn	1	2	5
P	20	50	100

2 结果分析

2.1 样品分析结果

样品分析测试,该机器是美国产的一种较新型号仪器,抗干扰能力较强,选用仪器出厂时的推荐波长,基本上可以消除光谱干扰。该法样品和标准系列采用相同的基体,测试时仪器自动扣除样品空白,从而消除了基体空白。仪器使用新型抗强酸雾化器,抗酸度干扰能力较强,所以该法选用酸度较大的方法,以较完全溶解提取分析元素,从而达到较好分析效果。如使用其他雾化器,可适当降低方法酸度。通过对样品的 8 次分析测试结果(表 3),可以看出样品的分析灵敏度和精密度较好,相对标准偏差(RSD)在 0.14% ~ 13.24% 之间^[4]。方法的分析灵敏度和精密度完全能满足样品分析要求。

2.2 加标分析结果

该次实验为了验证方法实验测试准确度,做了加标实验。在样品硝化溶矿前,在另一份重复待测样品中加入了定量的分析元素,同样品一起硝化溶矿,同分析样品一起分析测试,加标样品测试结果^[5]。从表 4 可以看出,样品在加标后分析结果比原样品分析结果高,它们的差值(10⁻⁶)乘以取样量(5.00 g),即为元素的绝对回收量。元素的绝对回收量与元素的加入量的比值求出元素回收率(表 4)。可以看出元素的加标回收率较好,在 94% ~ 110% 之间,能满足元素的分析要求,元素的分析结果准确可靠。

2.3 各被测元素的检出限

按选定条件测定基体空白 12 份,统计结果按 3 倍标准偏差计算检出限(表 5)^[1]。可以看出电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP - AES)测试元素的检出限较低,完全满足小麦微量元素的分析要求。

表 3 样品分析结果

元素	分次测定结果(10 ⁻⁶)								平均值(x)	RSD(10 ⁻²)
	1	2	3	4	5	6	7	8		
B	11.24	10.32	10.59	10.15	10.23	10.98	10.76	11.05	10.66	0.41
Fe	74.82	80.11	75.32	77.45	79.52	76.83	75.46	78.86	77.30	2.04
Ca	2014	1983	2009	1993	2021	1989	2001	2010	2002	13.24
Mg	1215	1245	1233	1218	1236	1222	1213	1229	1226	11.27
Cu	2.14	2.35	1.98	2.25	2.01	2.13	2.33	2.19	2.17	0.14
Pb	0.62	0.55	0.49	0.54	0.46	0.58	0.49	0.56	0.54	0.06
Zn	13.41	14.92	15.02	13.88	14.88	13.96	14.30	14.22	14.32	0.58
P	2020	1988	2012	1997	1999	2002	2008	2011	2005	10.12

表 4 加标回收试验结果

元素	加入标准 (ug)	样品值 (10 ⁻⁶)	分次测定结果(10 ⁻⁶)					平均值 10 ⁻⁶	回收值 ug	回收率 %
			1	2	3	4	5			
B	100	10.66	29.14	30.60	28.90	29.54	28.98	29.43	93.85	93.85
Fe	1000	77.30	268.3	270.1	279.3	269.9	275.5	272.6	976.5	97.65
Ca	1000	2002	2192	2188	2205	2198	2195	2196	970.0	97.00
Mg	1000	1226	1455	1447	1438	1450	1442	1446	1100	110.00
Cu	100	2.17	23.34	22.54	22.68	23.11	22.89	22.91	103.7	103.70
Pb	100	0.54	20.13	19.98	19.25	20.45	19.45	19.85	96.55	96.55
Zn	100	14.32	33.95	34.49	33.83	35.54	34.55	34.47	100.75	100.75
P	1000	2005	2198	2210	2188	2199	2192	2197	960.0	96.00

表 5 各被测元素的检出限 (μg/mL)

元素	检出限	元素	检出限
B	0.009	Cu	0.006
Fe	0.006	Pb	0.002
Ca	0.01	Zn	0.008
Mg	0.01	P	0.01

参考文献:

[1] 刘先国,方金东.电感耦合等离子体原子发射光谱法测定硅铁中微量元素[J].岩矿测试,2002,21(1):63-65.

[2] 尹志辉,张亚杰.萃取分离:电感耦合等离子体原子发射光谱法测定钢中的微量稀土元素[J].分析化学,1995,23(11):1293-1295.

[3] 张永盛.感耦等离子体发射光谱法测定锆英石中主次痕量元素[J].岩矿测试,1994,13(2):121-124.

[4] 乔爱香,曹磊.干法灰化和微波消解—电感耦合等离子体发射光谱法测定植物样品中 22 个主次量元素[J].岩矿测试,2010,29(1):29-33.

[5] 李景文.电感耦合等离子体原子发射光谱法测定铅锡合金中锡铈铋锡锌铁[J].岩矿测试,2010,29(4):185-186.

3 结语

该法使用了高氯酸—硝酸做消解剂,溶解硝化样品,加大取样量,提高了样品分析灵敏度。电感耦合等离子体原子发射光谱法测定小麦中的硼、铁、钙、镁、铜、铅、锌。结果表明,该方法检出限低,测定精密度高,多元素同时测定,元素回收率及测试准确度好,是小麦分析的一种较好的方法。

Testing of Trace Elements in Wheat by Using Inductively Coupled Plasma Method

LI Yuming, LUN Huirong
(No.4 Exploration Institute of Geology and Mineral Resources, Shandong Weifang 261021, China)

Abstract: Wheat is the major food in northern China. It includes many trace elements which are good to human body. Inductively Coupled Plasma (ICP) has a high sensitive feature in testing trace elements. By using this feature of ICP, the content of the trace elements in wheat are tested after decomposed the wheat by nitrating. By using American production Optima 2100 DV – inductively coupled plasma atomic emission spectrometry, the beneficial elements in the wheat, such as boron, iron, calcium, magnesium, and heavy metal pollution index, such as copper, lead and zinc are tested. This method has the characteristics of good spike recovery rate, good RSD rate, rapid accurate and reliable results of testing samples. This method has been used in laboratory test, and has good economic and social benefits. It can expected to use in many fields.

Key words: Inductively Coupled Plasma; wheat; trace elements; ICP; ultrasonic wave; nitrification