

电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES) 测定黄禾和谷子中15种元素

吕毅¹ 宝力道² 赵玉英^{3*}

(1 内蒙古赤峰市技术监督检验所, 内蒙古赤峰 024000; 2 内蒙古赤峰学院, 内蒙古赤峰 024000;
3 内蒙古民族大学天然产物开发与废弃物利用研究所, 内蒙古通辽 028043)

摘要 提出了用电感耦合等离子体原子发射光谱法对通辽地区产黄禾和谷子中 Na, Ca, Sn, Cu, Zn, Al, Mg, Fe, P, Si, K, Ba, Se, Mo, Mn 15 种元素含量同时进行测定的方法, 并对各元素作了加标回收实验, 黄禾和谷子中各元素的平均回收率为 96.67%~104.00%, 相对标准偏差 RSD 均小于 5%。方法简便、快速、准确地测定了黄禾和谷子中的元素。结果显示, 在黄禾和谷子中 K, P, Mg 含量高, 谷子中 Ca, Mg, Fe, Zn 和 Mn 的含量较黄禾中的高。黄禾和谷子中富含丰富的 Na, Ca, Zn, Fe 等元素, 从微量元素角度看谷子中对身体有益的元素较黄禾高。

关键词 多元素; ICP-AES; 黄禾; 谷子

中图分类号: O657.31; TH744.1 文献标志码: A 文章编号: 2095-1035(2013)04-0062-03

Determination of 15 Elements in Yellow Grain and Millet by Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry (ICP-AES)

Lv Yi¹, BAO Lidao², ZHAO Yuying^{3*}

(1. Chifeng Technical Supervision and Inspection Institute, Chifeng, Inner Mongolia 024000, China;

2. Inner Mongolia Chifeng College, Chifeng, Inner Mongolia, 024000, China;

3. Research Institute of Natural Products Development and Waste Utilization, Inner Mongolia University, Tongliao, Inner Mongolia, 028043, China)

Abstract An analytical method was proposed to simultaneously determine Na, Ca, Sn, Cu, Zn, Al, Mg, Fe, P, Si, K, Ba, Se, Mo, and Mn, in Huang He and millet by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry (ICP-AES) and the spiked recovery experiments were conducted to each element. The average recoveries of each element in Huang He and millet were in the range of 96.67% to 104.00%, and the RSDs were less than 5%. The method was used to simply, rapidly and accurately determine the elements in Huang He and millet. The results show that the contents of K, P, Mg are high in Huang He and millet, but the content of Ca, Mg, Fe, Zn and Mn are higher in millet than in Huang He. Huang He and millet both are rich in Na, Ca, Zn, and Fe. From trace elements perspective, millet has more elements useful to human body than Huang He.

Keywords multi-element; ICP-AES; Huang He; millet

收稿日期: 2013-04-17 修回日期: 2013-06-28

基金项目: 内蒙古自然科学基金资助项目(2010MS0213)资助

作者简介: 吕毅, 男, 高级工程师, 主要从事环境监测研究工作。

* 通信作者: 赵玉英, 女, 教授, 主要从事天然产物化学研究。E-mail: zhaoyy1961@126.com

0 前言

微量元素与人体健康的关系越来越引起人们的重视^[1-2],通辽是内蒙古盛产黄禾和谷子的重要地区,这两种粮食都属于小宗粮食系列,深受人们喜爱,是人们生活中不可缺少的食物之一。微量元素参与人体的多种代谢,对提高人体免疫功能,维持人体健康起着十分重要的作用。粮食中微量元素的成分以及含量与其生长产地的土壤、气候和环境的差异,导致粮食品质的差异。粮食的品质与微量元素在植物体中的形态及相互协同作用密切相关,因此研究粮食中的微量元素对人体健康是十分重要的。黄禾和谷子中含有丰富的人体必需的微量元素、氨基酸和碳水化合物等。因此测定粮食中微量元素的含量能鉴别作物品质优劣。ICP-AES法具有干扰少、线性范围宽、工作效率高等优点,在食品、矿石、材料、化工中的多元素检测中有较为广泛的应用^[3-5]。实验中采用ICP-AES法测定黄禾和谷子中常量及微量元素,取得了满意的结果。

1 实验部分

1.1 实验样品

黄禾和谷子产于内蒙古通辽。

1.2 仪器及试剂

电感耦合等离子体原子发射光谱分析仪(美国俐曼公司);MWS-2型红外测温微波压力消解系统(德国 Berghof 公司)。

各元素的标准储备溶液均由国家标准物质研究中心提供。

高氯酸、HNO₃为优级纯,其它试剂均为分析纯,实验用水为超纯水。

混合标准溶液配制:测定时将待测元素(Na, Sn, Ca, Zn, Cu, Mg, Al, Fe, P, K, Si, Se, Ba, Mn, Mo)标准储备溶液稀释成各元素所需浓度的混合溶液。

1.3 样品处理

将干燥的黄禾和谷子分别粉碎过38 μm筛,分别称取5.0 g(精确至0.000 1 g)放入坩埚中,先在通风橱内用电炉缓慢加热至碳化,移至马弗炉中700 °C保温4 h,转移至微波消解罐中,安装上减压阀,用HNO₃和高氯酸(5+1)的混酸消化,其中一个装上压力传感器放入微波消化炉转盘上,按表1设定程序消化,结束后冷却。用HNO₃(1%)定容到100 mL,同时做样品空白。

表1 微波消解程序条件

Table 1 Microwave digestion conditions

步骤	1	2	3
控制温度/°C	130	160	180
控制时间/min	5	10	5

1.4 仪器工作条件

射频功率:1.2 kW;载气流量(雾化器):221 kPa;高频频率:27.02 MHz;光室温度:34 °C;溶液提升量:1.2 L/min;冷却气流量20 L/min;等离子观测方式:水平观测。绘制工作曲线并计算各元素的含量。

2 结果与讨论

2.1 工作曲线及检出限

用HNO₃(1%)作校正各元素的标准曲线。用样品空白作参比,测定样品中各元素含量。每种元素选择多条谱线,选择最佳谱线,作最终测定结果,有关数据见表2。

将各种元素质量浓度为1 000 mg/L的标准储备溶液稀释成各元素浓度的工作溶液,在“1.4”的条件下,测量标准系列溶液,绘制出标准曲线,计算线性回归方程,所得回归方程、线性范围以及检出限见表2。进空白溶液10次,根据10次测定结果计算出标准偏差,以3倍标准偏差作为仪器检出限,得出15种元素的检出限。以5倍标准偏差值作为定量分析最小值,相应各元素的检出限范围为0.34~98.41 μg/L,各元素的检出限见表2。

表2 被测元素的回归方程和检出限

Table 2 Linear regression equations and detection limits of the elements detected

元素	特征谱线/nm	回归方程加入	R	检出限/(μg·L ⁻¹)
Mo	277.540	$Y=9.625 \times 10^{-8} X+6.008 \times 10^{-4}$	0.999 0	1.68
Al	308.220	$Y=2.025 \times 10^{-7} X+5.025 \times 10^{-3}$	0.999 4	2.65
Se	203.980	$Y=2.689 \times 10^{-4} X+4.462 \times 10^{-2}$	0.999 1	3.51
Si	251.611	$Y=1.952 \times 10^{-5} X-2.142 \times 10^{-1}$	0.999 2	3.35
Mn	293.306	$Y=1.998 \times 10^{-6} X+1.780 \times 10^{-3}$	0.999 2	0.36
Cu	327.396	$Y=3.902 \times 10^{-6} X+6.786 \times 10^{-2}$	0.999 1	2.12
Sn	189.991	$Y=3.721 \times 10^{-4} X+3.202 \times 10^{-1}$	0.999 1	30.02
Ba	233.527	$Y=3.215 \times 10^{-6} X-5.316 \times 10^{-3}$	0.999 4	9.18
Fe	259.940	$Y=3.245 \times 10^{-5} X-1.218 \times 10^{-1}$	0.999 9	0.34
P	213.618	$Y=7.799 \times 10^{-5} X+1.502 \times 10^{-1}$	0.999 6	98.41
Zn	206.200	$Y=1.687 \times 10^{-5} X+1.765 \times 10^{-3}$	0.999 9	0.70
K	766.494	$Y=2.260 \times 10^{-6} X+8.323 \times 10^{-1}$	0.999 3	11.97
Na	589.592	$Y=1.466 \times 10^{-6} X+5.675 \times 10^{-1}$	0.999 3	7.08
Mg	285.213	$Y=4.652 \times 10^{-6} X+6.672 \times 10^{-2}$	0.999 6	7.29
Ca	317.933	$Y=8.661 \times 10^{-6} X-8.86 \times 10^{-1}$	0.999 7	2.43

2.2 加标回收、精密度实验

为了验证该方法检测结果的准确性及可靠性,分别取谷子和黄禾的消化试液,加入 15 种元素的标准溶液,按“1.4”条件进行测定,计算加标回收率和标准偏差,对同一样品平行测定 5 次。谷子消化试液的加标回收率和相对标准偏差范围分别为 97.18%~103.55%和 0.78%~3.2%,RSD 均小于 5%;黄禾的消化试液加标回收率和相对标准偏差范围分别为 96.67%~104.00%和 0.86%~2.9%,RSD 均小于 5%,有关结果见表 3 和 4。

表 3 谷子精密度和回收率

Table 3 Accuracy and recovery tests for the determination of millet ($n=5$)

元素	试样含量	加入量	测得量	平均回收率/%	RSD/%
Mo	0.03	0.50	0.54	101.9	1.8
Al	0.66	0.50	1.18	101.7	2.0
Se	0.06	0.50	0.58	103.50	2.2
Si	150.0	50.0	202.42	101.2	2.3
Mn	6.40	5.0	11.20	98.25	2.1
Cu	5.60	5.0	10.46	98.68	1.7
Sn	35.90	40.0	78.60	103.55	3.2
Ba	50.69	50.0	100.23	99.54	1.1
Fe	65.68	50.0	112.98	97.66	1.2
P	406.60	300.0	703.20	99.52	2.0
Zn	12.67	20.0	31.75	97.18	1.2
K	430.70	500.0	931.80	100.12	0.78
Na	368.80	500.0	865.20	99.59	1.0
Mg	200.55	500.0	768.02	102.31	1.0
Ca	59.80	500.0	556.40	99.39	0.78

检测结果表明该方法具有较好的精密度和准确度,符合分析要求。

2.3 实际样品分析

将微波消解法消化好的黄禾和谷子样品的供试液,用“1.4”的测试条件进行测定,用样品空白作参比,得到黄禾和谷子中各元素含量,数据见表 5。

表 5 黄禾和谷子中元素含量

Table 5 Content of element in Huang He and millet ($n=5$) /($\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$)

元素	Cu	Zn	Fe	Mn	K	Si	Na	P	Ba	Ca	Al	Sn	Se	Mo	Mg
黄禾	10.6	83.5	114.2	11	3332	17.6	661	12443	0.1	232	50.3	7.9	—	0.01	1880
谷子	13.0	98.8	276.6	21	3362	36.8	116	11861	0.4	749	111	6.6	—	0.02	1980

参考文献

[1] 陈伟,赵玉英. 葵花粕与葵花籽中微量元素含量的测定[J]. 内蒙古民族大学学报,2011,26(5):271-273.
 [2] 杨梅,冯芳. 中药中微量元素分析方法及其应用[J]. 药学进展,2008,32(2):56-61
 [3] 何飞顶,李华昌,冯先进. 电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES)测定红土镍矿中的 Cd、Co、Cu、Mg、

表 4 黄禾精密度和回收率

Table 4 Accuracy and recovery tests for the determination of Huang He ($n=5$) /($\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$)

元素	试样含量	加入量	测得量	平均回收率/%	RSD/%
Mo	0.01	0.50	0.53	103.9	2.6
Al	0.34	0.50	0.86	102.38	2.1
Se	0.00	0.50	0.52	104.00	2.1
Si	78.10	50.0	126.50	98.75	2.1
Mn	10.50	5.0	14.10	90.97	2.6
Cu	6.60	5.0	11.46	98.79	1.3
Sn	40.87	40.0	81.70	101.03	2.9
Ba	13.72	50.0	81.96	97.90	2.1
Fe	46.79	50.0	94.86	98.00	1.4
P	446.30	300.0	745.60	99.90	2.6
Zn	13.68	20.0	32.56	96.67	1.5
K	421.10	500.0	929.72	100.94	0.96
Na	73.60	500.0	580.32	101.17	1.1
Mg	491.21	500.0	995.28	100.41	1.0
Ca	13.76	500.0	512.36	99.73	0.86

3 结语

由表 5 结果可见,K,P,Mg 在黄禾和谷子中含量高,谷子中 Ca,Mg,Fe,Zn 和 Mn 的含量较黄禾中的高。黄禾和谷子中富含丰富的 Na,Ca,Zn,Fe 等元素,从微量元素的角度看谷子中对身体有益的元素高于黄禾。通辽产谷子和黄禾中 Mg 的含量高达 1 980 和 1 880 mg/kg,Mg 是细胞的重要离子,参与许多酶的辅酶,有舒张血管降低血压、血脂和血糖的作用;谷子中铁含量较高,多吃谷子有预防缺铁的作用,黄禾和谷子中富含锌元素,所以多吃黄禾和谷子有防治缺锌的作用;谷子中富含 Ca,其含量高达 749 mg/kg。Ca 在人体活动中参与肌肉和神经的活动,调节体内酸碱平衡,调整心律,维持骨密度有利于骨骼、牙齿的生长,降低细胞膜和毛细血管的通透性,控制新陈代谢等。

Mn、Ni、Pb、Zn、Ca 9 种元素[J]. 中国无机分析化学, 2011,1(2):39-41.

[4] 蒋苏琼,张忠亭,邓飞跃. 电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-AES)测定铝、钛、硼合金中 10 种元素[J]. 中国无机分析化学,2011,1(1):65-68.
 [5] 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.