

doi:10.3969/j.issn.2095-1035.2019.01.014

电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法 测定磷酸中的金属元素

高建平¹ 赵迎春² 李宗泽³

(1 珀金埃尔默 昆明办事处, 昆明 650021; 2 云南省食品药品监督检验研究院, 昆明 650106; 3 云南省产品质量监督检验研究院, 昆明 650223)

摘要 建立了一种用电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法测定磷酸中金属元素的分析方法。磷酸用超纯水稀释10倍后直接测定,方法的检出限可达到0.001 2~0.051 6 $\mu\text{g/g}$,加标回收率达到95%~105%,满足实际样品分析要求。

关键词 磷酸;金属元素;电感耦合等离子体原子发射光谱法

中图分类号:O657.31;TH744.11 **文献标志码**:A **文章编号**:2095-1035(2019)01-0064-03

Determination of Metal Elements in the Phosphoric Acid by ICP-AES

GAO Jianping¹, ZHAO Yingchun², LI Zongze³

(1. Perkinelmer Kunming Office, Kunming, Yunnan 650021, China;

2. Yunnan Provincial Institute of Food and Drug Supervision and Inspection, Kunming, Yunnan 650106, China;

3. Yunnan Institute of Products Quality Supervision and Inspection, Kunming, Yunnan 650223, China)

Abstract Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry (ICP-AES) was used to establish a method for the determination of metal elements in the phosphoric acid. The experimental results indicated that the sample was determined directly after it was diluted 10 times by ultrapure water, and the detection limits of this method could reach 0.001 2—0.051 6 $\mu\text{g/g}$ with the recoveries between 95%—105%, which met the requirements of real sample analysis.

Keywords phosphoric acid; metal elements; inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

前言

磷酸主要用于磷酸盐、肥料、钢铁防锈剂,有机合成催化剂,在染料及中间体生产中用作干燥剂,乳胶凝固剂等。食品级磷酸可当作酸性饮料的酸味剂。目前在食品中的添加比较多,故需要监测磷酸

中的常量人体需要元素和有毒的重金属元素。目前测定磷酸样品中金属元素含量的主要方法有原子吸收光谱法(AAS)、电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES)^[1],电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES)^[2-4]具有多元素同时测定、检出限低、灵敏度高、操作简单、分析速度快、基体干扰少等优

收稿日期:2018-10-08 修回日期:2018-11-12

作者简介:高建平,男,工程师,主要从事无机光谱产品分析与应用研究。E-mail:48146111@qq.com

本文引用格式:高建平,赵迎春,李宗泽.电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法测定磷酸中的金属元素[J].中国无机分析化学,2019,9(1):64-66.

GAO Jianping¹, ZHAO Yingchun, LI Zongze. Determination of Metal Elements in the Phosphoric Acid by ICP-AES[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2019,9(1):64-66.

点,非常适于金属元素的同时测定。建立了用 ICP-AES 标准加入法准确测定磷酸样品中砷、镉、钴、铬、铜、铁、锰、镍、铅和锌等 10 种金属元素的方法^[5]。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

Avio200 型电感耦合等离子体原子发射光谱仪(美国珀金埃尔默仪器有限公司);ME104 分析天平(梅特勒-托利多中国有限公司);Exceed-Cb-30 实验室超纯水机(艾柯电器(苏州)有限公司)。

50 mL 的 PP 材质塑料容量瓶。

氩气纯度为 99.996%。

多元素混合标准储备溶液(10 mg/L,珀金埃尔默公司);超纯水。

1.2 仪器工作条件

电感耦合等离子体原子发射光谱仪的工作条件:高频功率 1 400 W,等离子体气流量 14 L/min,载气流量 0.70 L/min,辅助气流量 0.20 L/min,观测方式为径向,样品进样量 1.0 mL/min,积分时间自动,采用标准加入法校准测定样品。

1.3 波长的选择

根据基体磷酸对各个元素的干扰情况,各种元素波长的灵敏度和检出限,结果的稳定性和回收率做了波长的优化,结果见表 1。

表 1 测定元素的波长

Table 1 The wavelength of elements

测定元素	波长/nm	测定元素	波长/nm
As	193.696	Zn	206.200
Pb	220.353	Co	228.616
Cd	228.802	Ni	231.604
Fe	238.204	Mn	257.610
Cr	267.716	Cu	327.393

1.4 工作曲线

标准工作溶液由多元素混和标准储备溶液(10 mg/L)直接稀释所得,根据样品中金属元素含量,制备不同质量浓度的标准工作溶液。采用标准加入法的方式配制标准工作溶液,质量浓度分别为 0.0、0.05、0.1、0.5、1.0 $\mu\text{g/g}$ 。每个标准溶液中需加入 5.0 g 的磷酸基体,称取标准溶液后,用超纯水定容到 50.0 g,其中 1 个 5.0 g 样品中不加入标准溶液,用来作为标准系列中的样品。采用标准加入

法拟合标准曲线。

1.5 样品预处理

称取 5.0 g 磷酸样品到 50 mL 容量瓶中,用超纯水定容到 50.0 g。摇匀,上机测定。

2 结果与讨论

2.1 磷酸基体对等离子体的影响

磷酸样品直接稀释 10 倍后,基体对等离子体的影响非常小,等离子体还是很稳定的。从样品的平行性就验证了这一点。当然我们也可以适当的提高电感耦合等离子体的射频功率和等离子体气的流量来增加等离子体的稳定性。进样系统可以采用旋流雾室进样系统,对于磷酸的清洗更快速。

2.2 方法检出限

按实验方法对空白溶液进行 11 次测定,计算方法的标准偏差,3 倍的标准偏差用来表示方法的检出限,结果见表 2。实验表明,可以满足磷酸中杂质元素在检出限以上的金属元素测定。

表 2 方法检出限

Table 2 method detection limit /($\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$)

测定的元素 及波长/nm	方法检出限	测定的元素 及波长/nm	方法检出限
As 193.696	0.051 6	Ni 231.604	0.014 4
Zn 206.200	0.009 9	Fe 238.204	0.003 9
Pb 220.353	0.011 5	Mn 257.610	0.001 2
Co 228.616	0.010 8	Cr 267.716	0.004 2
Cd 228.802	0.004 5	Cu 327.393	0.005 1

2.3 精密度实验

对样品(0.5 $\mu\text{g/g}$)重复测定 6 次,测量结果的相对标准偏差整体小于 2.0%,表明方法的精密度较好,相关数据结果见表 3。

2.4 加标回收实验

在试样中加入 2 种浓度标准溶液,按实验方法进行处理后,在优化的仪器条件下进行测定,结果见表 4。加标回收率在 95%~105%,表明结果准确度较好。

3 结论

磷酸样品直接用水稀释 10 倍后,采用标准加入法,ICP-AES 法直接测定磷酸中的 10 种金属元素。等离子体稳定性好,分析速度非常快,结果准确度高,方法检出限低,适用于磷酸中杂质金属元素的快速测定。

表3 精密度实验

Table 3 Precision experiment ($n=6$)

测定元素	测定值/ $(\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1})$						平均值/ $(\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1})$	SD/ $(\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1})$	RSD/%
As	0.600 2	0.593 4	0.602 9	0.603 4	0.601 7	0.587 6	0.598 2	0.006 3	1.1
Zn	0.679 9	0.672 3	0.654 7	0.677 8	0.668 9	0.682 3	0.672 7	0.010 1	1.5
Pb	0.503 7	0.501 3	0.506 7	0.512 7	0.512 4	0.498 7	0.505 9	0.005 8	1.1
Co	0.499 6	0.510 3	0.498 7	0.489 9	0.506 7	0.504 1	0.501 6	0.007 2	1.4
Cd	0.500 8	0.499 8	0.495 6	0.501 3	0.502 3	0.510 9	0.501 8	0.005 0	1.0
Ni	0.504 0	0.501 2	0.506 7	0.510 9	0.490 8	0.497 9	0.501 9	0.007 0	1.4
Fe	1.241 5	1.238 9	1.253 2	1.222 9	1.250 9	1.233 6	1.240 2	0.011 2	0.90
Mn	0.509 2	0.503 4	0.501 2	0.498 1	0.504 5	0.510 1	0.504 4	0.004 6	0.91
Cr	2.240 3	2.234 9	2.244 6	2.283 4	2.291 7	2.231 9	2.254 5	0.026 1	1.2
Cu	0.506 5	0.503 4	0.502 9	0.508 9	0.504 1	0.510 2	0.506 0	0.003 0	0.60

表4 测定样品的结果与回收率

Table 4 results and the recovery rate

测定元素	样品测定值/ $(\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1})$	加标量/ $(\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1})$	测得总量/ $(\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1})$	回收率/ %	加标量/ $(\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1})$	测得总量/ $(\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1})$	回收率/ %
As	0.079 2		0.188 1	108.9		0.600 2	104.2
Zn	0.186 2		0.289	102.8		0.679 9	98.7
Pb	0.017 0		0.116 1	99.1		0.503 7	97.3
Co	0.001 6		0.103 2	101.6		0.499 6	99.6
Cd	0.002 9		0.104 6	101.7		0.500 8	99.5
Ni	0.011 1	0.1	0.112 0	100.9	0.5	0.504 0	98.5
Fe	0.736 4		0.836 4	100.0		1.241 5	101.0
Mn	0.007 1		0.108 7	101.6		0.509 2	100.4
Cr	1.741		-	-		2.240 3	99.8
Cu	0.002 4		0.104 5	102.1		0.506 5	100.8

参考文献

- [1]张敏,王娜,刘鹏,等. ICP-AES法测定食品添加剂磷酸二氢钾中砷和铅[J]. 磷肥与复肥(*Phosphate and Compound Fertilizers*),2014,29(3):73-74.
- [2]邓传东,孙琳,安身平,等. ICP-AES测定南红玛瑙中剧毒元素As、Cd、Cr、Pb、Sb含量的研究[J]. 中国无机分析化学(*Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry*),2018,8(6):9-13.
- [3]张庆华,崔金华,宋晓红,等. 碱熔-电感耦合等离子体原

子发射光谱(ICP-AES)-内标法测定水泥标准物质中的氧化物含量[J]. 中国无机分析化学(*Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry*),2018,8(1):45-49.

- [4]贺小双,薛晓康,林建. 电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法测定工业废水中的颜料绿58[J]. 中国无机分析化学(*Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry*),2017,7(4):1-4.
- [5]耿薇,郑敏燕,魏永生,等. ICP-AES测定化学实验室自来水中重金属元素含量[J]. 化学工程师(*Chemical Engineer*),2012,199(4):25-26.