

电感耦合等离子体-原子发射光谱法测定 苹果浓缩果汁中钾、钠、钙、镁、磷、铁、锌、铜和铅

刘振波 董言梓^a 周晓云^b 王景阳^b

(烟台大学分析中心 山东省烟台市 264005)

^a(烟台市畜牧检测中心 山东省烟台市 264005)

^b(兰州石油化工公司助剂厂 兰州市 730060)

摘 要 研究了 ICP-AES 测定苹果浓缩果汁中 K、Na、Ca、Mg、P、Fe、Zn、Cu 和 Pb 的各种条件。样品处理方法简便, 避免了待测元素的污染和损失, 结果准确。检出限、精密度和准确度均符合质量管理的要求。

关键词 电感耦合等离子体-原子发射光谱法, 苹果浓缩果汁, 钾, 钠, 钙, 镁, 磷, 铁, 锌, 铜, 铅。

中图分类号: O 657. 31

文献标识码: B

文章编号: 1004-8138(2006)04-0887-03

1 前言

中国加入世贸组织后, 发达国家对中国的苹果浓缩果汁需求量日益巨增, 据统计, 2003 年中国出口苹果浓缩果汁 48 万 t, 出口苹果浓缩果汁占世界市场的 57%^[1]。苹果浓缩果汁中钾、钠、钙、镁、磷、铁、锌、铜和铅的含量是极其重要的质量指标, 为了满足对苹果浓缩果汁质量的要求, 指导并监控生产过程的质量^[2], 本文对苹果浓缩果汁中钾、钠、钙、镁、磷、铁、锌、铜和铅的分析方法进行了研究, 按照欧盟果蔬汁饮料工业协会(A I N)的规定^[3]和 GB/T 18963—2003 标准^[4], 使用 ICP-AES 进行测定。苹果浓缩果汁样品处理, 用石英烧杯进行湿法硝化, 避免了钾、钠的污染, 减少了易挥发元素的损失, 样品经硝化稀释后, 直接测定, 方法简便准确。本研究对钾、钠、钙、镁、磷、铁、锌、铜和铅的测定条件进行了优化, 在国内首次用一种方法直接对苹果浓缩果汁中钾、钠、钙、镁、磷、铁、锌、铜和铅进行测定。

2 实验部分

2.1 仪器及工作条件

Intrepid II 等离子体原子发射光谱仪(美国热电公司)。激发功率 1352W, 雾化气压力 172.4 kPa, 溶液冲洗流量 1.85 mL/min, 溶液分析流量 1.85 mL/min, 样品冲洗时间 30s, 延迟时间 0。

2.2 主要试剂与标准溶液

将质量浓度为 1 g/L 的 K、Na、Ca、Mg、P、Fe、Zn、Cu 和 Pb 标准溶液用 5% HNO₃ 稀释, 配成浓度为 10 mg/L 的标准溶液用于谱线校准, 并配制 1 mg/L、5 mg/L、10 mg/L 的 K、Na 混合标准溶液, 1 mg/L、5 mg/L、10 mg/L 的 Ca、Mg、Fe、Zn、Cu 和 Pb 混合标准溶液, 1 mg/L、5 mg/L、10 mg/L 的 P 标准溶液。

硝酸为优级纯, 其他试剂均为分析纯, 实验用水为蒸馏水经去离子处理的超纯水。

联系人, 电话: (0535) 6902401(办); E-mail: liuzhenbo6@sina.com

作者简介: 刘振波(1973—), 男, 山东省烟台市人, 助教, 硕士, 从事化学和仪器分析方法的研究。

收稿日期: 2006-06-16; 接受日期: 2006-06-28

2.3 样品及处理

苹果浓缩果汁选用市售 100% 苹果果肉果汁。

取苹果浓缩果汁 5.00mL 于石英烧杯中,加入浓硝酸 10mL, 加盖表面皿, 放置过夜(12h), 在低温电炉上加热回流蒸发至近干; 再加入 10mL 浓硝酸加热蒸发至近干, 移入 50mL 容量瓶中, 水稀释至刻度, 摇匀, 此溶液为待测液。

3 结果与讨论

3.1 分析谱线的选择

根据被测成分谱线波形, 分析每条谱线的强度、灵敏度以及干扰情况, 选择分析谱线如下: K 766.491nm、Na 589.592nm、Ca 393.366nm、Mg 279.553nm、P 177.499nm、Fe 259.940nm、Zn 213.856nm、Cu 324.754nm、Pb 220.353nm。

3.2 激发功率的选择

固定所有的仪器工作条件, 改变激发功率。激发功率由 750—1500W 变化, 试验了各元素的谱线强度。研究发现对于 K、Na 这样的易激发元素, 激发功率过大, 由于电离作用增大, 相对谱线强度反而增大; Ca、Mg、P、Fe、Zn、Cu、Pb 随着功率增大, 相对谱线强度增大, 但是当激发功率过大时, 背景过大, 综合考虑同时测定 9 种元素, 选择工作功率为 1352W。

3.3 雾化气压力的影响

在激发功率为 1352W 的条件下, 固定仪器其他工作条件, 雾化气压力由 103.4—310.2kPa 变化, 实验表明, 当雾化气压力 172.4kPa 时, 多数元素有最大的谱线强度, 所以本实验采用的雾化气压力为 172.4kPa。

3.4 测定酸度的影响

制备 1mg/L 混合标准溶液样品时, 加入不同量的硝酸, 测定对灵敏度的影响, 实验表明酸度对本实验影响不大。在一定酸度下对本实验操作有利, 因此选择酸度 5%。

3.5 灵敏度与检出限

在实验最佳条件下, 测定系列标准溶液得到校准曲线方程, 求得灵敏度分别为 $S_K = 15.3 (\text{mg/L})^{-1}$ 、 $S_{Na} = 136 (\text{mg/L})^{-1}$ 、 $S_{Ca} = 19054 (\text{mg/L})^{-1}$ 、 $S_{Mg} = 1521 (\text{mg/L})^{-1}$ 、 $S_P = 3.21 (\text{mg/L})^{-1}$ 、 $S_{Fe} = 19.4 (\text{mg/L})^{-1}$ 、 $S_{Zn} = 240 (\text{mg/L})^{-1}$ 、 $S_{Cu} = 42.1 (\text{mg/L})^{-1}$ 、 $S_{Pb} = 5.49 (\text{mg/L})^{-1}$ 。

实验中按 IUPAC 的定义, 在最佳条件下测定空白液 11 次, 检出限按公式 $C_L = 3\sigma_{-1}/S^{[6]}$ 计算, 结果分别为 K 0.03mg/L、Na 0.01mg/L、Ca 0.01mg/L、Mg 0.001mg/L、P 0.01mg/L、Fe 0.005mg/L、Zn 0.002mg/L、Cu 0.008mg/L、Pb 0.01mg/L。

3.6 测定结果与回收率

在实验最佳条件下测定苹果浓缩果汁样品中 K、Na、Ca、Mg、P、Fe、Zn、Cu 和 Pb 的质量浓度, 结果见表 1。

表 1 样品测定结果

($n = 10, \text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$)

测定元素	K	Na	Ca	Mg	P	Fe	Zn	Cu	Pb
\bar{x}	518	357	179	16.6	19.5	3.54	0.573	0.641	< 0.01
σ_{-1}	15.8	7.72	6.79	1.05	0.904	0.223	0.0487	0.0603	-
RSD (%)	3.0	2.2	3.8	6.4	4.6	6.3	8.5	9.4	-

从表 1 看出, 本方法精密度较好。

制备样品时,在苹果浓缩果汁中加入表2所示的K、Na、Ca、Mg、P、Fe、Zn、Cu、Pb标准溶液,测定回收率。结果见表2。

表2 样品标准加入回收实验

测定元素	(mg · L ⁻¹)								
	K	Na	Ca	Mg	P	Fe	Zn	Cu	Pb
原含量	518	357	179	16.6	19.5	3.54	0.573	0.641	< 0.01
加入量	300	150	200	20	20	4	0.4	0.4	0.1
测得值	824	519	382	34.9	40.3	7.71	0.936	1.01	0.110
回收率(%)	102.0	108.0	101.5	91.5	104.0	104.3	90.8	92.3	110.0

由表2可见,回收率在90.8%—110%之间,表明有很好的测定准确度。

4 结论

本方法将样品硝化后,直接完成K、Na、Ca、Mg、P、Fe、Zn、Cu、Pb的测定,样品处理方法简单,测定方法快速,准确度高。

参考文献

- [1] 杨振锋,王伟东,丛佩华等.我国苹果产业国际竞争力分析[J].北方果树,2004,(12):47—48
- [2] 郑民奇,唐南安,张俊雅等.苹果浓汁中钾、钠、钙、镁、磷的分析[J].理化检验(化学分册),2005,41(3):684—686
- [3] 关于苹果浓汁和桃汁的规定[S].欧盟果蔬汁饮料工业协会(A.I.N.),1991.
- [4] 中华人民共和国国家标准.苹果浓缩清汁[S].GB/T18963—2003.北京:中国标准出版社,2003.2-3
- [5] 刘振波,刘永明,姜贵琳.ICP-AES法快速测定葡萄酒中S、P、Fe[J].烟台大学学报(自然科学与工程版),2005,18(3):184—187.
- [6] 邱德仁.原子光谱分析[M].上海:复旦大学出版社,2002.288

Detem ination of Potassium , Sodium , Calcium ,Magnesium , Phosphorus , Iron , Zinc , Copper and Lead in Apple Juice Concentrated by ICP-AES

L U Zhen-Bo DONG Yan-Zi^a ZHOU X iao-Yun^b WANG Jing-Yang^b

(A naly sis Centre, Yantai U niversity, Yantai, Shandong 264005, P. R. China)

^a(Yantai L ivestock Testing Centre, Yantai, Shandong 264005, P. R. China)

^b(Ing redient Plant of L anzhou Petrochem ical Company, L anzhou 730060, P. R. China)

Abstract The various conditions for detem ination of potassium, sodium, calcium, magnesium, phosphorus, iron, zinc, copper and lead in the apple juice concentrated is studied by ICP-AES. The experimental conditions were optimized. The method is simple with high precision and accuracy for quality control.

Key words ICP-AES, Apple Juice Concentrated, Potassium, Sodium, Calcium, Magnesium, Phosphorus, Iron, Zinc, Copper, Lead