

微波消解-等离子体原子发射光谱法 测定杨梅中的微量元素

王晓赛 沈燕^① 季小武^a 朱小琼^a 韩超^a

(温州大学化学与材料工程学院 浙江省温州市茶山高教园区 325035)

^a温州出入境检验检疫局 浙江省温州市 325027)

摘要 采用微波消解-电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES)测定杨梅中 Fe、Mg、Ba、Cu、Al、Zn、Mn、Co 8 种微量元素,对样品的前处理条件进行了探讨,通过加标回收实验,验证了分析数据的可靠性,在最佳测定条件下,方法检出限为 0.0005—0.0100 μg/mL,相对标准偏差 ≤ 2.8%,加标回收率为 95.7%—105.1%。方法快速、简便、准确,适合常规分析。

关键词 杨梅;微波消解;微量元素;电感耦合等离子体-原子发射光谱法

中图分类号: O657.31 文献标识码: B 文章编号: 1004-8138(2010)03-0002-03

1 引言

杨梅(*Myrica rubra Sieb et Zucc.*)为双子叶纲杨梅科乔木,广泛分布于我国南方各地。树木常绿,枝叶繁茂,成熟果实呈紫红色,颜色鲜艳诱人、果味酸甜,可供生食。有关杨梅中多种微量元素同时测定的报道比较少。ICP-AES 由于具有灵敏度高、精确度高、稳定性好、线性范围宽、基体效应小、分析速度快以及多元素同时测定等优点而被广泛应用于元素分析^[1-3]。目前,尚未见有关 ICP-AES 测定杨梅中多种微量元素含量的报道。温州是中国有名的杨梅之乡,为此,我们采用微波消解-ICP-AES 对杨梅中 Fe、Mg、Ba、Cu、Al、Zn、Mn、Co 8 种微量元素的含量进行了测定,以期对温州杨梅资源的进一步开发利用和栽培技术的改进提供一些参考依据。

2 实验部分

2.1 主要仪器和试剂

IRIS ADVANTAGE 等离子体发射光谱仪(美国热电公司); MARS 微波消解系统(美国 CEM 公司)。

待测元素标准储备液:国家钢铁材料测试中心钢铁研究总院研制,临用时用 5% 硝酸配制成为应用液; HNO₃、H₂O₂ 均为优级纯。实验用水均为超纯水(18.2 MΩ·cm)。

2.2 实验方法

2.2.1 样品制备及处理

新鲜杨梅用去离子水洗涤 3 次,晾干。准确称取杨梅 1.0g 于聚四氟乙烯消解罐中,加入 8mL HNO₃ 浸泡过夜,再加入 2mL H₂O₂,在微波消解系统中消解 15min,待消解完全后,转移到 25mL 容

① 联系人,电话:(0577)86689601(办); E-mail: shenyan@wzu.edu.cn

作者简介:王晓赛(1986—),女,浙江省永嘉县人,本科生,主要研究方向为化学。

收稿日期:2009-09-17;接受日期:2009-10-25

量瓶中用超纯水定容至刻度。平行制备 2 份试剂空白,待测。

2.2.2 仪器测试条件

射频发生器功率: 1150W; 辅助气体流量: $0.5\text{L} \cdot \text{min}^{-1}$; 蠕动泵提取样品量: $1.85\text{L} \cdot \text{min}^{-1}$; 玻璃同心雾化器; 旋流雾化室; 雾化器压力 186kPa; 工作气体: 氩气(纯度 99.99% 以上); 轴向观测。

3 结果与讨论

3.1 样品的前处理条件

考虑到样品中有机物的含量、消解后生成盐的溶解性、所选用酸的空白值等因素, 实验设计了 2 种消解体系: (1) HNO_3 ; (2) $\text{HNO}_3\text{-H}_2\text{O}_2$ 。消解剂用量实验表明, $8\text{mL HNO}_3 + 2\text{mL H}_2\text{O}_2$ 即可达到良好的消解效果。通过 15min 消解, 消解液无色透明, 样品消解完全。

3.2 分析线的选择

ICP-AES 对每个元素的测定都可以同时选择多条特征谱线, 而且光谱仪具有同步背景校正功能, 因此实验中对每个测定元素选取 2—3 条谱线进行测定, 综合分析强度、干扰情况及稳定性, 选择谱线干扰少、灵敏度高的分析线, 结果见表 1。

表 1 元素分析线

元素	分析线波长(nm)	元素	分析线波长(nm)
Fe	259.8	Mg	279.6
Ba	230.4	Cu	224.7
Al	237.3	Zn	206.2
Mn	259.4	Co	238.9

3.3 干扰的排除

为了避免混合标准溶液中元素过多导致相互影响, 我们将元素分成两组测定^[4]。第一组: Fe、Al; 第二组: Mg、Ba、Cu、Zn、Mn、Co; 在分析过程中依次把空白、标准溶液、样品进行测定, 仪器软件自动把试剂空白信号扣除, 可消除试剂对测定元素的影响。

3.4 方法的检出限及精密度

对空白溶液重复测定 10 次, 取 3 倍标准偏差所对应的浓度为各元素检出限, 结果见表 2。

表 2 元素检出限

元素	检出限 ($\mu\text{g}/\text{mL}$)	RSD (%)	元素	检出限 ($\mu\text{g}/\text{mL}$)	RSD (%)
Fe	0.0039	2.5	Mg	0.0026	1.8
Ba	0.0008	2.1	Cu	0.0048	1.4
Al	0.0100	2.2	Zn	0.0008	2.8
Mn	0.0005	1.9	Co	0.0064	2.3

3.5 回收率实验

在所确定的实验条件下, 采用标准加入法测定各元素回收率, 测定结果见表 3。

表 3 元素回收率结果

元素	原含量(mg/kg)	加标量(mg/kg)	加标测定值(mg/kg)	回收率(%)
Fe	29.6	30	58.3	95.7
Ba	0.42	0.5	0.90	96.0
Al	5.1	5.0	9.9	96.1
Mn	7.3	10.0	17.5	102.0
Mg	55.4	50.0	104.1	97.4
Cu	0.83	1.0	1.8	97.1
Zn	1.5	2.0	3.6	105.1
Co	N.D.	1.0	0.98	98.0

3.6 样品测定

在所确定的实验条件下,测定了产自温州 3 个不同地区的杨梅样品中微量元素的含量,测定结果见表 4。

表 4 杨梅样品中元素含量的分析结果 (mg/kg, $n=6$)

产地	Fe	Ba	Al	Mn	Mg	Cu	Zn	Co
永嘉	24.3	0.53	4.1	6.1	69.2	0.74	1.4	N. D.
高楼	31.7	0.57	7.2	7.8	69.6	0.64	1.2	N. D.
茶山	29.6	0.42	5.1	7.3	55.4	0.83	1.5	N. D.

注: N. D. 表示未检出。

从表中结果可以看出,3 个不同产地的杨梅中所测 8 种元素的含量情况差别不大,Co 均未检出,Mg、Fe、Mn、Al、Zn、Cu、Ba 的含量依次降低,其中高楼杨梅的 Mg、Fe、Mn、Al、Ba 含量略高于其他两地杨梅,而茶山杨梅的 Zn、Cu 含量相对略高。

参考文献

- [1] 郑亚军,赵斌,尤进茂.微波消解 ICP-AES 法测定牛黄解毒片中的微量元素[J].光谱学与光谱分析,2006,26(6):1155—1157.
- [2] 孟列群,赵维佳.生态纺织品中有害金属元素的 ICP-AES 分析[J].光谱实验室,2006,23(1):115—117.
- [3] 刘颖,李景峰,嘎日迪等. ICP-AES 法测定内蒙古地区六种沙生木本植物中金属元素[J].光谱学与光谱分析,2006,26(2):344—347.
- [4] 韩超,刘翠平,詹秀明.微波消解-等离子体原子发射光谱法测定羊栖菜中的微量元素[J].分析科学学报,2008,24(1):91—93.

Determination of Trace Elements in *Myrica Rubra Sieb et Zucc.* by ICP-AES with Microwave Digestion

WANG Xiao-Sai SHEN Yan Ji Xiao-Wu^a ZHU Xiao-Qiong^a HAN Chao^a

(College of Chemistry and Materials Engineering, Wenzhou University, Wenzhou, Zhejiang 325035, P. R. China)

^a(Wenzhou Entry-Exit Inspection and Quarantine Bureau, Wenzhou, Zhejiang 325027, P. R. China)

Abstract The determination of eight elements (Fe, Mg, Ba, Cu, Al, Zn, Mn, Co) in *myrica rubra Sieb et Zucc.* was carried out by ICP-AES. The *myrica rubra Sieb et Zucc.* sample was digested by microwave digestion technique. Under the optimal conditions, the detection limit is 0.0005—0.0100 μg/mL, and the RSD ≤ 2.8%. The recovery is in the range of 95.7%—105.1%. The experimental results show that the method is easy, rapid and accuracy.

Key words *Myrica Rubra Sieb et Zucc.*; Microwave Digestion; Trace Elements; ICP-AES

过期《光谱实验室》期刊免费赠送启事

本部尚有一些过期(2007 及以前)的期刊,凡同行中有需要者均可免费赠送,但邮费(含包扎费和人工费)自付,每 6 本(不同期)为 1 个单元,约重 2.0—2.5kg,收费(可用邮票支付)15 元。

有意者来信告知收件人姓名及详细地址,同时将邮票放在信封中挂号寄来。

联系地址:北京市延庆石河营东街 10 号楼 201 室《光谱实验室》编辑部 何霜,邮政编码:102100,电话:(010)52513126。

《光谱实验室》编辑部