

ICP-AES 测定小麦粉中 6 种金属元素

ICP-065

摘要: 本文参考 GB/T 14609-2008 使用硝酸、过氧化氢微波消解测定小麦粉标准品 GBW08503B 中的钙、镁、铜、铁、锰、锌含量, 实验室结果表明, 仪器线性关系良好, 相关系数均大于 0.999, 钙、镁、铜、铁、锰、锌的检出限分别为: 0.171 mg/L、0.005 mg/L、0.001 mg/L、0.007 mg/L、0.001 mg/L、0.004 mg/L。该方法测定快速, 可以满足谷物类样品中上述元素的分析要求。

关键词: 双向观测 自动选择波长 小麦粉

洋谷物是粮食作物的总称, 是人类直接食用的营养物质。谷物中的矿物元素有的是细胞壁或原生质的组成成分, 有的是动物有机体物理活动机能的调节物质, 有的是酶的组成成分, 而微量元素在营养物质成分中比维生素还重要。因此测定与了解谷物中矿物元素及微量元素的含量与分布有着重要的意义。但是由于矿物元素和微量元素含量差异较大, 为了能对这些元素进行准确定量通常的办法是对于低含量的元素采取加大称样量, 减小定容体积, 高含量的元素采用减小称样量, 加大定容体积或采取稀释的办法来解决, 这样就会使得前处理变得麻烦费时,

同时也降低了分析测试的效率。岛津 ICPE-9000 配备轴向和纵向双向观测, 结合智能化的操作软件针对不同元素采用不同的测试条件可以真正实现一次进样高低浓度元素均可准确定量的目的。另外, 由于同一元素不同分析波所受干扰情况不一样, 所以往往结果差异较

大, ICPsolution 软件具有自动选择最佳波长的功能, 所以即使是没有 ICP 分析经验的操作人员也能准确可靠地给出分析结果。本文以测定小麦粉标准品 GBW08503B 为例使用硝酸、过氧化氢对样品进行微波消解处理测定了其中的钙、镁、铜、铁、锰、锌含量, 效果良好。

实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPE-9000 等离子体发射光谱仪

1.2 试剂

浓硝酸 (优级纯)

过氧化氢 (优级纯)

1.3 样品前处理

称 0.5 g (精确至 0.0001 g) 样品于聚四氟乙烯消解罐中, 加入 6 mL 硝酸, 1 mL 双氧水, 摇匀后将消解罐装好放置于微波消解仪中按以下程序消解:

表1 微波消解程序

步数	时间 (min)	功率 (w)	温度 (°C)
1	10	600	150°C
2	20	600	180°C

消解完成后将消解液转移至 50 mL 容量瓶中, 用超纯水定容至刻度待测。同时做实验空白。

1.4 仪器参数

表2 仪器工作条件

测试条件	观测方向	等离子体气 (L/min)	辅助气 (L/min)	载气 (L/min)	高频功率 (Kw)	灵敏度	矩管类型	雾化器	雾化室
条件1	轴向	10	0.6	0.7	1.2	高	Mini	同心	旋流
条件2	纵向	10	0.6	0.7	1.2	低	Mini	同心	旋流

结果与讨论

2.1 标准曲线与轮廓图

按照表 3, 配制各元素标准溶液。

表3 各元素标准曲线浓度

元素	分析波长 (nm)	浓度 (mg/L)			
Ca	396.847	0	2	5	10
Cu	224.700	0	0.02	0.05	0.1
Fe	238.204	0	0.5	1	2
Mg	285.213	0	5	10	20
Mn	257.610	0	0.2	0.5	1
Zn	202.548	0	0.2	0.5	1

各元素的标准曲线及样品峰轮廓图如下:

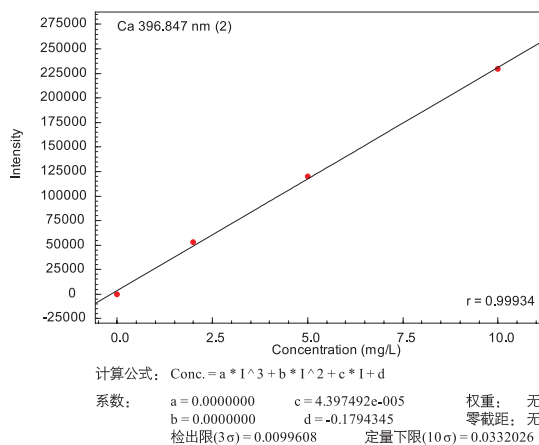


图1 钙标准曲线图

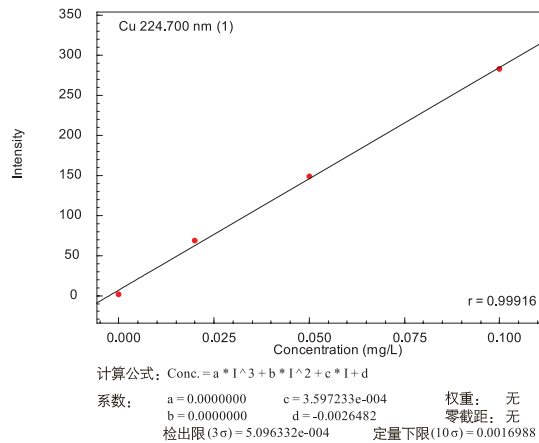


图2 铜标准曲线图

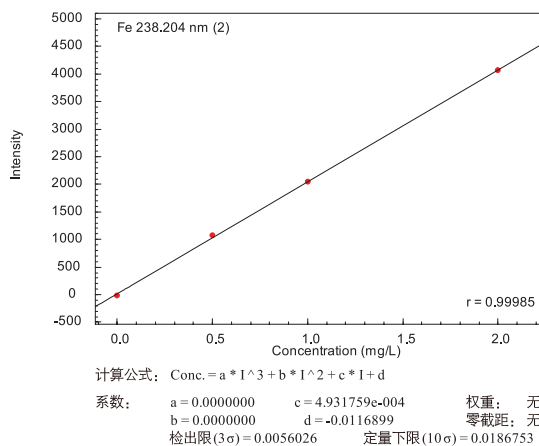


图3 铁标准曲线图

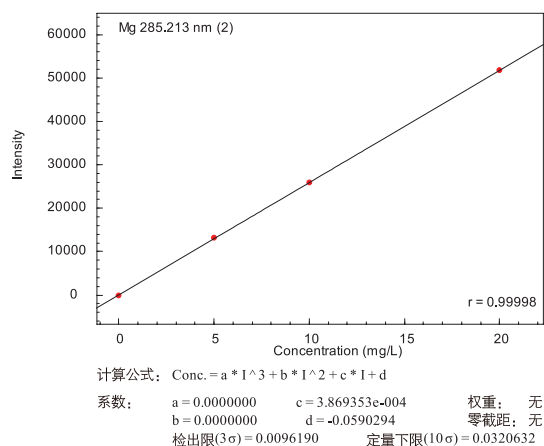


图4 镁标准曲线图

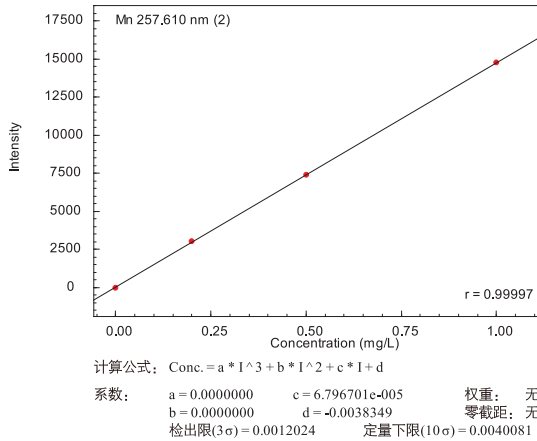


图5 锰标准曲线图

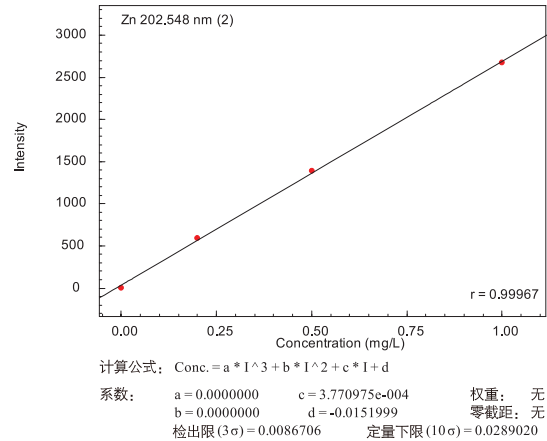


图6 锌标准曲线图

Ca 396.847 Best
SB:60.62 条件2

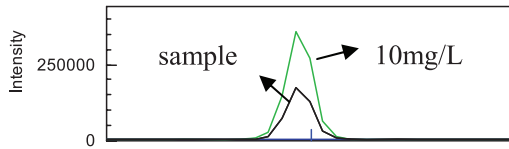


图7 钙元素轮廓图

Cu 224.700 Best
SB:0.28 条件1

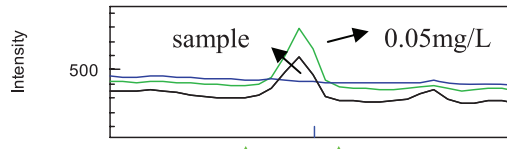


图8 铜元素轮廓图

Fe 238.204 Best
SB:2.19 条件2

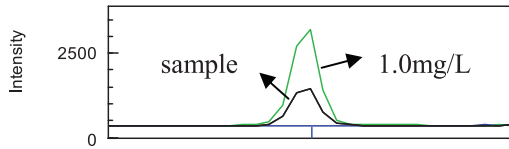


图9 铁元素轮廓图

Mg 285.213 Best
SB:20.20 条件2

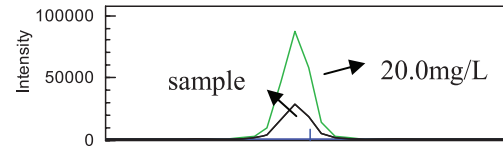


图10 镁元素轮廓图

Mn 257.610 Best
SB:5.23 条件2

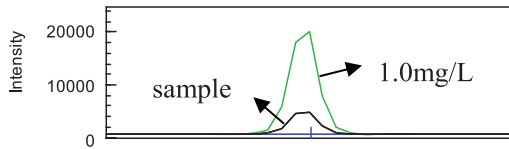


图11 锰元素轮廓图

Zn 202.548 Best
SB:5.23 条件2

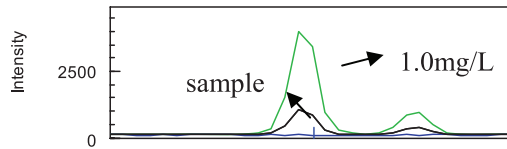


图12 锌元素轮廓图

2.2 样品测定结果及检出限

按实验方法对小麦粉标准品 GBW08503B 进行分析, 分析结果见表 4

表4 仪器检出限及样品测试结果

元素	分析波长 (mm)	检出限 (mg/L)	GBW08503B	
			标准值 (μg/g)	测定值(μg/g)
Ca	396.847	0.171	402±31	430.30
*Cu	224.700	0.001	3.98±0.43	3.72
Fe	238.204	0.007	37.7±9.4	35.21
Mg	285.213	0.005	616±44	630.00
Mn	257.610	0.001	22±2	21.70
Zn	202.548	0.004	20.6±1.7	21.43

注：* 表示按条件 1 轴向观测测试

2.3 重现性实验

对前处理好后的小麦粉标准品 GBW08503 进行 6 次重复测定结果见表 5

表5 样品6次重复测定结果(单位: mg/L)

元素名	Ca	Cu	Fe	Mg	Mn	Zn
波长(mm)	396.847	224.700	238.204	285.213	257.610	202.548
[1]	4.55	0.0367	0.383	6.28	0.216	0.22
[2]	4.53	0.0364	0.38	6.26	0.215	0.219
[3]	4.6	0.0372	0.383	6.31	0.217	0.218
[4]	4.58	0.0371	0.385	6.3	0.217	0.219
[5]	4.61	0.0369	0.384	6.33	0.218	0.219
[6]	4.61	0.0405	0.383	6.33	0.217	0.219
平均	4.58	0.0375	0.383	6.3	0.217	0.219
RSD(%)	0.74	3.99	0.45	0.43	0.51	0.43

结论

ICPE-9000 配备轴向和纵向双向观测，结合智能化的 ICPsolution 软件可以对高低含量元素进行准确定量，软件最佳分析波长的自动选择功能可以自动辨识干扰和确定分析灵敏度，即使没有 ICP 分析经验的操作者也能简单准确地给出分析结果，该实验对小麦粉标准品 GBW08503B 中的钙、镁、铅、铁、锰、锌进行了分析，结果准确可靠，均在标准值范围内。