

火焰原子吸收光谱法快速测定柞蚕蛹中微量元素

刘立行, 赵连洁

(辽宁石油化工大学 应用化学系, 辽宁抚顺 113001)

摘要: 用非完全消化法处理样品, 建立了快速测定柞蚕蛹中钙、镁、铁、锌的火焰原子吸收分析法. 用 La^{3+} 作为释放剂以消除共存元素对钙、镁的化学干扰. 实验结果表明, 试液的物理性质与其空白溶液的一致, 无背景吸收干扰. 对样品处理条件、吸光度重复性及检出限进行了考察. 测定结果的相对标准偏差小于 2.9%, 加标回收率 95.6% ~ 104.1%. 本方法测定结果与灰化法一致, 相对误差小于 $\pm 2.5\%$.

关键词: 火焰原子吸收光谱法; 非完全消化法; 柞蚕蛹; 钙; 镁; 铁; 锌

中图分类号: O657.31 **文献标识码:** A **文章编号:** 1000-5137(2006)05-0011-03

柞蚕蛹为高蛋白营养佳品, 并具有一定药用价值. 文献[1]用灰化法处理样品, 以火焰原子吸收光谱法测定了其中的一些微量元素. 灰化法耗时长, 不能满足快速分析的要求. 目前, 样品处理速度已成为制约分析速度的瓶颈. 非完全消化法只要求样品溶液均匀透明, 耗时在 15 ~ 20 min 左右, 是一种快速的样品预处理技术, 在火焰原子吸收光谱法中已有应用^[2-5]. 本文用非完全消化-火焰原子吸收光谱法成功地测定了柞蚕蛹中的钙、镁、铁、锌.

1 实验部分

1.1 仪器和试剂

HG-9002 型原子吸收分光光度计(沈阳华光精密仪器研究所), 玻璃预混合雾化器.

钙标准储备溶液: 1 g/L, 用盐酸溶液(1+1)溶解在 105 ~ 110 °C 烘干 2 h 的碳酸钙配制而成, 工作溶液为 10 $\mu\text{g/L}$; 镁、铁、锌标准储备溶液: 0.5 g/L, 分别用硫酸镁、硫酸铁铵及硫酸锌配制, 工作溶液浓度依次为 2.5, 4.0, 1.0 mg/L; La^{3+} 溶液: 25 g/L, 用热盐酸溶解三氧化二镧配制; 浓硝酸. 以上试剂为分析纯. 乳化剂 OP 溶液: 1+4. 实验用水为去离子水.

1.2 仪器工作条件

固定空气流量 460 L/h, 单色器通带 0.2 nm, 选择元素的最灵敏线为分析线(nm): Ca 422.7, Mg 285.2, Fe 248.3, Zn 213.9, 经优化后的仪器工作条件按钙、镁、铁、锌顺序依次为: 灯电流(mA) 4, 3, 3, 4, 燃烧器高度(mm) 4, 4, 3, 4, 乙炔流量(L/h) 80, 70, 60, 50.

1.3 样品处理方法

将样品洗净, 于 75 ~ 80 °C 烘干, 粉碎, 准确称取 0.2 g 左右于小烧杯中, 加入浓硝酸 3 mL, 置电热丝刚发红的电炉上加热, 反应后断续给电低温消解, 直至消解液透明, 并蒸发至近干, 耗时在 15 min 左右. 加水少许及 OP 溶液 3 mL, 加热至近沸, 振动, 冷却, 转入 10 mL 容量瓶中, 定容, 样品消解液为金黄色透

收稿日期: 2005-11-20

作者简介: 刘立行(1938-), 男, 辽宁石油化工大学教授, 从事仪器分析教学及分析方法研究.

明溶液,可长期稳定.同时配制消解液空白溶液.

1.4 实验方法

1.4.1 测定镁

试液:吸取样品消解液 0.40 mL,加入 La^{3+} 溶液 1.0 mL,以水定容 25 mL;工作曲线标准溶液:取镁 2.5 ~ 12.5 μg 于 5 个 25 mL 容量瓶中,加入 La^{3+} 溶液 1.0 mL 及消解液空白溶液 0.4 mL,定容.

1.4.2 测定铁、锌、钙

试液:取样品消解液 4.00 mL,以水定容 10 mL;工作曲线标准溶液:取铁 4.0 ~ 20.0 μg 、锌 1.0 ~ 5.0 μg 或钙 10.0 ~ 50.0 μg 于 5 个 10 mL 容量瓶中,加入消解液空白溶液 4.0 mL,定容.测定钙时,在以上溶液中还应加入释放剂 La^{3+} 溶液 0.8 mL.参比溶液为各元素工作曲线标准溶液的空白溶液.测定积分 5 s 的吸光度,用计算机回归计算含量.

2 结果与讨论

2.1 样品处理条件考察

取 0.2 g 样品 2 份分别用浓硝酸、高氯酸-硝酸(1+3)混合酸各 3 mL 消解.实验表明 2 种酸的消解效果相近,选用浓硝酸作消解溶剂.在消解液中加水约 10 mL,有少量白色油脂析出,加 OP 溶液 2.5 mL 以上,加热近沸,冷却,白色油脂消失,消解液为金黄色透明溶液,至少可稳定 20 d.在样品处理时,选择加 OP 溶液 3 mL.

2.2 化学干扰考察

通常是加入释放剂 La^{3+} 或 Sr^{2+} 以消除铝、磷等共存元素对钙、镁的化学干扰.选用 La^{3+} 作为释放剂考察.取样品消解液 4.00 mL(测定钙)及 0.40 mL(测定镁)各 5 份分别于 2 组 5 个 10 mL 容量瓶中,对每组分别加入 La^{3+} 溶液 0 ~ 1.6 mL,以对应空白溶液为参比所测钙、镁的吸光度,见表 1.可见,共存元素对钙、镁有化学干扰,加入 La^{3+} 溶液分别为 0.8 ~ 1.6 mL 及 0.4 ~ 1.6 mL 时,钙、镁的吸光度分别达到最大且稳定,说明共存元素对钙、镁的化学干扰已被消除.对钙,选择加入 La^{3+} 溶液 0.8 mL;对镁,选择加入 La^{3+} 溶液 0.4 mL,即在 25 mL 容积中应加入 La^{3+} 溶液 1.0 mL.

表 1 La^{3+} 溶液用量对钙、镁吸光度的影响

	加入 La^{3+} 溶液量				
	0	0.4	0.8	1.2	1.6
钙的吸光度	0.081	0.134	0.192	0.194	0.192
镁的吸光度	0.397	0.487	0.488	0.486	0.490

2.3 背景吸收干扰考察

比较使用氙灯和不使用氙灯进行背景扣除所测试液吸光度的大小,以确定是否存在背景吸收干扰.结果表明,无背景吸收干扰.

2.4 试液与空白溶液物理性质一致性考察

溶液的粘度、表面张力及比重等物理性质的变化会影响吸样速率、雾化效率.配制与试液组成相近的参比溶液可补偿物理性质变化的影响,通常以空白溶液作参比溶液.判断 2 个溶液物理性质是否相同的方法是:向 2 溶液中加入等量的、样品中不含有的一种元素,例如 Ni^{2+} ,测定 Ni^{2+} 的吸光度.当两溶液中 Ni^{2+} 的吸光度相等时,则可认为这 2 个溶液的物理性质相同.按实验方法配制测定铁、锌的试液及对应的空白溶液,加入 Ni^{2+} 40 μg ,定容 10 mL,喷入火焰,以水为参比所测 Ni^{2+} 的吸光度是:试液 0.120,0.122,空白溶液 0.122,0.122,两者的吸光度一致,说明物理性质一致,可以以对应的空白溶液作参比溶液.

2.5 检测限

配制 20 份参比溶液,记录积分 5 s 的吸光度,计算标准偏差 σ .由工作曲线斜率 $S(\text{L}/\text{mg})$ 计算出的检出限 $3\sigma/S$ (单位 mg/L)为:钙 0.07,镁 0.002,铁 0.035,锌 0.007.

2.6 吸光度重复性考察

用试液连续测定15次吸光度,其相对标准偏差(%)为:钙1.2,镁0.08,铁2.2,锌0.5.吸光度重复性较好.

2.7 样品分析

样品分析按实验方法进行,RSD小于2.9%(表2).以灰化法作为比较法:准确称取样品0.2g左右8份于瓷坩埚中,炭化,于550℃灰化完全约需7h.用硝酸溶液(1+1)3mL加热溶解灰分,定容25mL.与灰化法相比,本方法测定结果的相对误差小于±2.5%.加标回收率在95.6%~104.1%之间(表2).

表2 样品分析(n=6)

测定方法	元素	测定值(μg/g)	RSD(%)	相对误差(%)	加标回收率(%)	平均回收率(%)
灰化法	Ca	320	0.7			
本方		324	0.5	-1.3	97.9~101.4	98.9
灰化法	Mg	1051	0.4			
本方法		1025	0.9	+2.5	98.7~102.2	99.2
灰化法	Fe	85	4.1			
本方法		87	2.9	-2.4	95.6~104.1	97.7
灰化法	Zn	32.0	1.9			
本方法		32.4	1.3	-1.3	99.1~102.7	101.3

参考文献:

- [1] 巨振海,何海诚,宋二颖,等.原子吸收光谱法测定柞蚕蛹中的铜铁锌钙[J].理化检验-化学分册,2000,36(5):224-225.
- [2] 刘立行,刘国民.非完全消化-火焰原子光谱法测定奶粉中钙镁铁锌[J].理化检验-化学分册,2003,39(10):597-598,601.
- [3] 刘立行,高广飞.非完全消化-火焰原子发射光谱法测定润滑油中钙、锂[J].冶金分析,2004,24(6):13-15.
- [4] 刘立行,张伟.非完全消化-火焰原子吸收光谱法测定芦荟中锰铁锌[J].化学试剂,2004,26(3):159-160,167.
- [5] 刘立行,郑永勇.非完全消化-火焰原子光谱法测定润滑油添加剂中钙钡锌[J].冶金分析,2005,25(4):15-17.

Rapid determination of trace elements in silkworm chrysalis by flame atomic absorption spectrometry

LIU Li-xing, ZHAO Lian-jie

(Department of Applied Chemistry, Liaoning University of Petroleum & Chemical Technology, Fushun 113001, China)

Abstract: The sample was treated with noncomplete digestion method. A FAAS method for rapid determination of calcium, magnesium, iron and zinc in silkworm chrysalis has been developed. La^{3+} was used as releasing agent to eliminate chemical interference of the coexistence elements on calcium and magnesium. The test results indicated that the physical property of test solution is identical with its blank solution and that there no is background absorption interference. The pretreatment condition of sample, repeatability of absorbance and detection limit were studied. RSDs of determination results were less than 2.9%. The recoveries were 95.6%~104.1%. The determination results of this method were consistent with those obtained by ashing method. The relative errors were be less than ±2.5%.

Key words: FAAS; noncomplete digestion method; silkworm chrysalis; Calcium; magnesium; Iron; Zinc

(责任编辑:任芳萍)