

青海省海东地区主要农产品中 微量元素的测定

周蔚^{a, b} 迟晓峰^{1, c}

a(青海省水文地质工程地质环境地质调查院 西宁市城西区苏家河湾 4 号 810008)

b(青海省水文地质与地热地质重点实验室 西宁市城西区苏家河湾 4 号 810008)

c(中国科学院西北高原生物研究所 西宁市新宁路 23 号 810008)

摘要 以电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-OES)测定青海省海东地区主要农产品中 10 种元素含量。方法的回收率在 96.4%—101.3% 之间, 相对标准偏差 0.90%—2.98% 之间($n=7$)。实验证明, 建立的方法简单快速, 精密度高, 满足对农产品中微量元素的监测要求。

关键词 电感耦合等离子体发射光谱仪; 农产品; 海东地区; 微量元素

中图分类号: O657.31 文献标识码: B 文章编号: 1004-8138(2013)05-2704-04

1 引言

青海海东地区地处祁连山支脉大坂山南麓和昆仑山系余脉日月山东坡, 属于黄土高原向青藏高原过渡镶嵌地带, 海拔在 1650—2835m 之间。境内山峦起伏, 沟壑纵横, 高寒、干旱、日照时间长, 太阳辐射强, 昼夜温差大^[1]。海东地区是青海省的主要农业经济区, 全市耕地面积 324 万亩, 地区内盛产小麦、青稞、豌豆、蚕豆、马铃薯及油料、瓜果、蔬菜等农副产品^[2]。因此对海东地区农产品中微量元素进行检测, 显得尤为重要, 掌握农产品中微量元素资料可为农产品生产提供有力的数据支撑。鉴于此, 本文对青海海东地区的农产品中的 10 种元素进行了分析检测, 以为农产品生产提供第一手资料。

2 实验部分

2.1 仪器与试剂

Agilent 725 型 ICP-OES 电感耦合等离子体发射光谱仪(美国 Agilent 公司); AG135 型电子天平(瑞士 Mettler Toledo 公司); UPT-II 型超纯水机(成都超纯科技有限公司)。

2.2 试剂与标准溶液

Ca, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, P 和 Zn 的 1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 标准溶液(北京国家标准物质研究中心), 使用时按需用超纯水稀释; 硝酸为优级纯。实验用水为超纯水。

¹ 联系人, 电话: (0971) 6132750; 传真: (0971) 6132750; E-mail: xfchi@nwipb.cas.cn

作者简介: 周蔚(1966—), 女, 湖南省澧县人, 高级工程师, 从事岩矿测试、水质分析、土工试验工作。

收稿日期: 2013-05-30; 接受日期: 2013-07-15

2.3 样品处理

取待测样品适量,用研钵研碎,准确称取样品粉末 0.5000g 放入聚四氟乙烯消解罐底部,加入 5mL 18mol/L 浓硝酸浸泡过夜,再加入 3mL H₂O₂,在微波消解系统中消解 5min,待消解完全后,转移到 50mL 容量瓶中用 5% 的稀 HNO₃ 溶液定容至刻度。平行制备 2 份空白,待测。

2.4 工作条件

对电感耦合等离子发射光谱仪的工作参数进行优化,得到最佳的仪器工作条件,结果见表 1。其中等离子体气、辅助气、雾化气均采用 Ar 气。

表 1 ICP-OES 工作参数

名称	射频发射功率 (W)	等离子气流量 (L/min)	辅助气流量 (L/min)	雾化气流量 (L/min)	观测高度 (mm)
工作参数	1200	0.80	15.0	0.50	15.0

3 结果与讨论

3.1 检出限

选择各元素的分析谱线一般要遵循两个原则:选择的分析谱线不能受到其他谱线干扰;选择的分析谱线应有较大的信噪比(*IS/IB*)。实验通过对各元素间的相互干扰,综合分析强度、精密度以及稳定性等因素,确定出 ICP-OES 测定 10 种元素的特征谱线。同时取 7 次平行测定空白液的结果,得到各元素检出限,结果见表 2。

表 2 元素特征谱线、线性范围和检出限

元素	Ca	Cr	Cu	Fe	K	Mg	Mn	Na	P	Zn
波长(nm)	317.9	283.5	324.7	259.9	766.4	279.5	257.6	589.5	213.6	213.8
线性范围(mg/L)	0—50	0—50	0—50	0—50	0—50	0—50	0—50	0—50	0—50	0—50
相关系数	0.9991	0.9997	0.9995	0.9992	0.9999	0.9990	0.9994	0.9996	0.9992	0.9995
检测限(mg/L)	0.0025	0.0072	0.0015	0.0012	0.0210	0.0030	0.0041	0.0055	0.0161	0.0110

从表 2 中可以看出,在选定的特征波长下,元素的线性范围满足实验要求,相关系数达到 0.9990 以上,检测限灵敏度高,满足实验的要求。说明建立的该方法快速、准确、灵敏度高。

3.2 样品测定

按照 2.4 项下的仪器最优工作条件对样品进行检测,平行测定 5 次,取平均值,结果见表 3。

表 3 样品测定结果

元素	Ca	Cr	Cu	Fe	K	Mg	Mn	Na	P	Zn
春小麦	1187.01	1.53	6.78	40.94	8244.03	1236.77	19.65	2132.57	1549.32	0.703
青稞	1076.43	2.02	4.59	31.26	7161.11	1339.98	17.43	2079.83	1301.99	0.598
油菜籽	951.07	1.25	3.07	19.81	7381.79	1245.08	21.34	1737.90	1769.03	0.508
蚕豆	1795.84	1.17	9.11	27.32	8273.63	1125.45	17.09	1998.02	1578.55	0.527
豌豆	1467.98	1.34	5.72	30.85	7254.09	1552.71	18.03	2198.54	1481.47	0.422
玉米	958.17	1.41	4.03	33.44	8101.10	1380.01	26.62	2004.60	1601.77	0.616

从表 3 中可以看出, 在 6 个不同农作物中微量元素含量最高的是钾, 在 7161. 11—8273. 63 mg/kg 之间, 其中最高的是蚕豆。其次是钠, 含量在 1737. 90—2198. 54mg/kg 之间。磷、镁、钙的含量也较高, 含量最低的是锌, 在 0. 422—0. 703mg/kg 之间。

3. 3 方法学考察

按照标准加入的方法测定各元素的回收率, 同时重复进样 7 次测定各元素的精密度, 实验结果见表 4。

表 4 方法回收率及精密度

($n=7$)

元素	Ca	Cr	Cu	Fe	K	Mg	Mn	Na	P	Zn
本底值(mg/L)	15.07	0.073	0.17	1.62	78.02	12.38	1.26	22.02	15.96	0.026
加入量(mg/L)	15.00	0.10	0.20	1.50	80.00	15.00	1.50	20.00	15.00	0.05
测定值(mg/L)	29.53	0.17	0.36	3.11	160.07	27.13	2.72	41.77	30.40	0.07
回收率(%)	98.2	97.6	96.4	99.8	101.3	99.1	98.7	99.4	98.2	96.7
RSD(%)	2.11	1.73	2.98	1.74	0.90	1.12	0.98	1.03	1.63	1.49

从表 4 中可以看出, 建立的该方法, 精密度良好, 方法的回收率在 96. 4%—101. 3% 之间, 相对标准偏差在 0. 90%—2. 98% 之间。

4 结论

用微波消解样品, ICP-OES 测定农产品的 10 种微量元素含量, 方法简单快速, 灵敏度高, 适用于农产品中的微量元素测定。同时, 对青海海东地区的农产品进行了比较测试, 为海东地区的农产品品质提供了一定的技术支持。

参考文献

- [1] 曾永年, 吴孔江, 靳文凭等. 青海高原东北部耕地变化及驱动力分析[J]. 干旱区资源与环境, 2012, 26(8): 89—92.
 [2] 卫振军, 吴海萍. 海东地区农业产业化经营发展现状及对策[J]. 青海科技, 2008, 20(5): 17—20.

Determination of Ten Trace Elements in Crops Grown in Haidong Region of Qinghai Province

ZHOU Wei^{a, b} CHI Xiao-Feng^c

a (Qinghai Institute of Hydrogeology, Engineering and Geology, Xining 810008, P. R. China)

b (Hydrogeological and Geothermal geological Key Laboratory of Qinghai Province, Xining 810008, P. R. China)

c (Northwest Institute of Plateau Biology, Chinese Academy of Science, Xining 810008, P. R. China)

Abstract Ten trace elements in crops grown in Haidong region of Qinghai Province were determined by ICP-OES. The experimental results show that the recovery ($n=7$) is 96. 4%—101. 3%, and the RSD($n=7$) is 0. 90%—2. 98%. Experiments show that the established method is simple, fast, high precision to meet the monitoring requirements of trace elements in the crops grown

Key words Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometer; Crops; Haidong Region; Trace Elements

草庐兴学育才, 传承科学民主

壮观的校门和高楼大厦并非大学精神

急功近利难出“大师”

穷酸的西南联大与 3 位诺贝尔奖得主

草庐兴学育才, 传承科学民主 西南联大的历史, 前后不过 8 年半(1937 年 9 月至 1946 年 5 月)。当年的物质条件非常穷酸: 学生宿舍无一砖一瓦, 全是夯黄土为墙, 堆茅草为顶; 窗户没有一块玻璃, 仅有几根树枝聊以象征。绝大多数师生经常是食不果腹、衣不蔽体, 不时还要在日本飞机轰炸下逃生。在校学生不超过 2000。可是当年的西南联大, 在三不管的地方(似乎造就了“教育独立”), 坚守大学理想, 主张教授是“大学的灵魂”, 是“以研究学问为毕生事业, 以培育后进为无上职责”; 实行“用人校长有全权, 不受政党和宗教之干涉”, “不妄用一钱, 不妄用一人”; 教师为爱国而教, 学生为救国而学, 吃红薯干点桐油灯, 鸭衣百结, 以苦为乐; 励精图治, 弦歌不辍; 为人师表, 一身正气; 人格独立, 不党不官; 不亢不卑, 敢于批判; 沉潜专注, 甘于寂寞。一言以蔽之, “五·四”运动所倡导的“科学和民主”精神之传承与发扬光大也!

多难不仅兴邦, 也兴学育才: 培养出 3 位诺贝尔奖得主——杨振宁和李政道, 另一位则是朱棣文(其父朱汝瑾是联大助教, 其姑朱汝华是教授——曾昭抡的得意门生)。到 1995 年, 西南联大在 8 年半毕业的学生中有 90 位成为中国科学院院士和工程院院士; 23 位两弹一星元勋中有 8 位是西南联大师生: 赵九章和杨嘉墀两位是当年的教师; 学生有: 郭永怀、陈芳允、屠守锷、朱光亚、王希季、邓稼先等。2000—2008 年获“最高科学技术奖”者共 12 人, 其中 4 人为西南联大学生: 黄昆、叶笃正、刘东正、吴征镒。所以, 称西南联大为真正的世界一流大学, 毫不过分。

拥有“以研究学问为毕生事业, 以培育后进为无上职责”的教授阵容; 运行一套“思想自由, 兼容并包”(蔡元培语)、纯粹研究学问的办学理念; 推行通才教育的培养目标(认为只学习一种专业, 掌握一门技术, 就不会拥有清醒的头脑, 就不会融汇贯通, 结果是难成大器); 教育必须首先引导学生“做人”, 反对只学习“谋生”, 不学习“谋道”的坏风气(“道”, 道德也! 养成一生正气); 有一位深孚众望(能得到各种观点的学生和教师的拥护)的校长——这些因素莫立了西南联大堪称世界一流大学的基础。

壮观的校门和高楼大厦并非大学精神 西南联大身后的三校(北大、清华和南开), 当今在校学生总数当在 60000—70000 之间, 相当于当年的 30 多倍, 三校校园内高楼大厦林立, 与当年西南联大的茅屋草舍相比, 真是天壤之别。所花费的资金当在西南联大的数百倍以上。三校的年寿, 从 1950 年算起, 已有 59 年, 若从改革开放算起, 亦有 30 年, 为当年西南联大寿命的 4 倍至 5 倍。以人力、财力和时间来看, 都是当年西南联大无法望其项背的。以如此优越的条件和实力, 却培养不出世界一流的杰出人才——60 年来没有培养出 1 名诺贝尔奖获得者, 没有培养出 1 位像李四光、竺可桢、钱三强、钱学森那样的“大师”; 甚至培养出像朱光亚、邓稼先、黄昆、叶笃正那样的杰出人才也少有所闻。

清华大学 1 位教授在美国访问时发现, 世界一流的哈佛大学大门, 却是十分古旧俭朴的: 拱型的门洞是用红砖砌的, 中间是铁制的校门, 门框上面是三角形的尖顶。两边的围墙也是红砖砌的, 中间是陈旧的铁制护栏。但是而今中国学校的大门, 甭说大学, 就是一些重点中学的校门, 也比哈佛大学的壮观。在一些国人看来, 似乎要成为世界一流大学、一流中学就在于校门以及教学大楼的气派和壮观!?

我国是世界最大的发展中国家(最大的穷国), 美国是世界最大的发达国家(最大的富国)。这位清华大学教授看到在这世界最大的富国中, 名牌大学的教学大楼和办公家具仍是俭朴的: 楼房大多是 3 层的, 上个世纪的转盘电话和用过多的木制家具还在使用。而在我们这个世界最大的穷国中的某些名牌大学, 转盘电话和古朴的木制家具早已(淘汰)不见踪影! 仿佛这些“过时”的东西, 与名牌大学的“身份”太不相称!?

清华大学前校长梅贻琦说过: “大学者, 非谓有大楼之谓也, 有大师之谓也”。当今, 真正的大学精神已消弥在壮观的校门和高楼大厦背后了。

急功近利难出“大师” 管子说: 十年树木, 百年树人。一所大学的好坏似应以百年为单位, 不能以一时的优劣论英雄。就像一场马拉松赛, 跑在最前的那个人并非一定是冠军, 不到冲线的最后那一刻, 谁也不能断输赢。只有“笑”到最后的人, 才是真正的英雄。现在的大学, 今日一评估, 明日一考试, 后天排座次, 再后天发奖牌的急功近利的做法, 好似“大跃进”时代的争先恐后放“卫星”。申报的“成果”, 绝大部分是重复性、拼凑性甚至弄虚作假的东西。这种做法使本应是思想自由、百花纷呈的大学, 变成了千人一面, 难出“大师”是很自然的。

学术研究是一个长期的体悟过程, 没有数年、数十年甚至百年的功夫, 不可能对某项研究有深入、创造性的认识。只有对某项研究有真正的兴趣, 有充分的思想自由和有足够的宁静时间(非宁静无以致远), 才能产生有创造性的成果。某些发达国家的科研经费, 大多“以个人兴趣为导向”, 实行“分散性投资”。个人可以为自己所喜爱的项目申请科研经费或银行贷款, 因自己喜爱, 容易入迷而“迷”出创造性的灵感, 甚至为此献身。法国居里夫妇研究放射性就是个很好的事例: 在简陋的实验室里, 从事自己喜爱的工作, 多难而其乐无穷。两人一生所取得的成就, 超过某些高楼大厦林立、“人才济济”的大学和研究院。这不值得深思么? (2013-01-31)

(本刊摘编自《随笔》杂志 2008 年第 2 期何兆武《关于诺贝尔奖情节》、2005 年第 2 期智效民《学校校长竺可桢》等文)