



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103115917 A

(43) 申请公布日 2013.05.22

(21) 申请号 201110365913.X

(22) 申请日 2011.11.17

(71) 申请人 江苏天瑞仪器股份有限公司

地址 215300 江苏省苏州市昆山市中华园西路 1888 号天瑞产业园

(72) 发明人 郑建明 艾明 余正东 吴敏

(74) 专利代理机构 北京清亦华知识产权代理事务所 (普通合伙) 11201

代理人 贾玉

(51) Int. Cl.

G01N 21/73 (2006.01)

G01N 1/34 (2006.01)

权利要求书2页 说明书8页

(54) 发明名称

一种利用 ICP-AES 测定油脂样品中杂质金属元素的方法

(57) 摘要

本发明公开了一种利用 ICP-AES 测定油脂样品中杂质金属元素的方法,包括以下步骤:a) 利用硝酸-石油醚体系对所述油脂样品进行萃取分离,得到硝酸馏分和石油醚馏分;以及 b) 利用 ICP-AES 测试所述硝酸馏分中的杂质金属元素的强度,以便计算得到所述杂质元素的含量。根据本发明实施例的利用 ICP-AES 测定油脂样品中杂质金属元素的方法,弥补了 ICP-AES 法分析油脂样品的前处理中有机进样有机溶剂基体效应、炬管积碳、需要辅助气源等缺点,同时相比其它无机处理法,具有操作简单、试剂用量少、无废气污染、前处理设备简单,结果准确可靠、回收率高特点。

1. 一种利用 ICP-AES 测定油脂样品中杂质金属元素的方法,其特征在于,包括以下步骤:

a) 利用硝酸-石油醚体系对所述油脂样品进行萃取分离,得到硝酸馏分和石油醚馏分;以及

b) 利用 ICP-AES 测试所述硝酸馏分中的杂质金属元素的强度,以便计算得到所述杂质元素的含量。

2. 根据权利要求 1 所述的利用 ICP-AES 测定油脂样品中杂质金属元素的方法,其特征在于,硝酸-石油醚体系中含有硝酸、过氧化氢、水以及石油醚。

3. 根据权利要求 2 所述的利用 ICP-AES 测定油脂样品中杂质金属元素的方法,其特征在于,所述石油醚的沸程为 60℃-90℃。

4. 根据权利要求 3 所述的利用 ICP-AES 测定油脂样品中杂质金属元素的方法,其特征在于,所述步骤 a) 包括:

a-1) 在所述油脂样品中加入硝酸、过氧化氢,并将其至于 60~90℃水浴震荡 10min~2h 后,在其中加入水继续并继续振荡 10min~2h;

a-2) 在上述溶液中加入所述石油醚,并在 30~60℃水浴继续震荡 10min~2h,得到萃取前液;以及

a-3) 将所述萃取前液倒入分液漏斗进行分层,得到硝酸馏分和石油醚馏分。

5. 根据权利要求 4 所述的利用 ICP-AES 测定油脂样品中杂质金属元素的方法,其特征在于,所述步骤 a) 还包括:

a-4) 用硝酸清洗步骤 a-3) 的分液漏斗,并将清洗后液加入步骤 3) 所得的石油馏分中,此后将其置于 30~60℃水浴继续震荡 10min~2h;

a-5) 将步骤 a-4) 震荡后的液体通过分液漏斗进行分层以得到硝酸馏分和石油醚馏分;以及

a-6) 重复上述步骤 a-4) 和步骤 a-5) 2~4 次,合并各步骤得到的硝酸馏分。

6. 根据权利要求 1~5 中任一项所述的利用 ICP-AES 测定油脂样品中杂质金属元素的方法,其特征在于,所述步骤 b) 具体包括:

b-1) 以硝酸配置所述杂质金属元素的标准溶液,以所述硝酸作为标准空白溶液,并通过 ICP-AES 分析所述标准溶液和标准空白溶液中各杂质元素的发射强度而绘制杂质金属的标准曲线和标准空白曲线;

b-2) 利用 ICP-AES 测试所述硝酸馏分中的杂质金属元素的发射强度;以及

b-3) 根据步骤 b-2) 中得到的所述硝酸馏分中的杂质金属元素的发射强度与所述标准曲线以及标准空白曲线并通过下式计算得到所述杂质元素的含量,

$$W = (C - C_0)V/m$$

其中, W 表示样品中被测元素的质量浓度, C 表示自标准曲线上查得的样品溶液中待测元素的质量浓度, C_0 表示自标准空白曲线上查得的样品溶液中待测元素的质量浓度, V 表示样品溶液的体积, m 表示样品质量。

7. 根据权利要求 6 所述的利用 ICP-AES 测定油脂样品中杂质金属元素的方法,其特征在于,所述石油醚与所述油脂样品的比例为 15~25ml 石油醚/1g 油脂样品。

8. 根据权利要求 7 所述的利用 ICP-AES 测定油脂样品中杂质金属元素的方法,其特征

在于,所述石油醚与所述油脂样品的比例为 20ml 石油醚 /1g 油脂样品。

9. 根据权利要求 1 ~ 8 中任一项所述的利用 ICP-AES 测定油脂样品中杂质金属元素的方法,其特征在于,所述硝酸的浓度为 25 ~ 35wt %。

10. 根据权利要求 9 所述的利用 ICP-AES 测定油脂样品中杂质金属元素的方法,其特征在于,所述硝酸的浓度为 30wt %。

一种利用 ICP-AES 测定油脂样品中杂质金属元素的方法

技术领域

[0001] 本发明属于分析化学领域,特别是涉及一种利用 ICP-AES 测定油脂样品中杂质金属元素的方法。

背景技术

[0002] 油脂样品中微量元素的测定,常用的方法有原子吸收光谱法、X-射线荧光光谱法、紫外可见分光光度法等。随着原子发射光谱技术的发展和成熟,ICP-AES 法因具有多元素同时测定、线性范围宽、灵敏度高、基体效应小、精密度好、快速准确等特点,在油脂样品元素分析中得到广泛应用。

[0003] ICP-AES 法分析油脂样品前处理方法可分为无机处理法和有机进样法。无机处理方法一般是通过灰化或消解将样品处理成无机水溶液,再导入仪器进行分析,有干灰化法、湿式消解法、微波消解法、乳化技术法和萃取分离法等。有机进样法是以有机溶剂稀释样品直接导入 ICP 光源进行测定。有机进样易引起 ICP 等离子体不稳定,甚至完全熄火,也容易在炬管口形成碳粒沉积,降低 ICP-AES 的分析性能。

发明内容

[0004] 本发明旨在至少解决上述技术问题之一。

[0005] 为此,本发明的一个目的在于提出一种操作简单、试剂用量少、无废气污染、前处理设备简单,结果准确可靠、回收率高的利用 ICP-AES 测定油脂样品中杂质金属元素的方法。

[0006] 为了实现上述目的,根据本发明实施例的利用 ICP-AES 测定油脂样品中杂质金属元素的方法,包括以下步骤:a) 利用硝酸-石油醚体系对所述油脂样品进行萃取分离,得到硝酸馏分和石油醚馏分;以及 b) 利用 ICP-AES 测试所述硝酸馏分中的杂质金属元素的强度,以便计算得到所述杂质元素的含量。

[0007] 根据本发明实施例的利用 ICP-AES 测定油脂样品中杂质金属元素的方法,以石油醚-硝酸溶液体系萃取分离油脂样品及杂质元素,并采用 ICP-AES 测试萃取溶液中 Ba、Mn、Fe、Mg、Cr、Cu、Ni、Pb、Cd 等杂质元素,弥补了 ICP-AES 法分析油脂样品的前处理中有机进样有机溶剂基体效应、炬管积碳、需要辅助气源等缺点,同时相比其它无机处理法,具有操作简单、试剂用量少、无废气污染、前处理设备简单,结果准确可靠、回收率高特点。

[0008] 另外,根据本发明上述实施例的利用 ICP-AES 测定油脂样品中杂质金属元素的方法,还可以具有如下附加的技术特征:

[0009] 根据本发明的一些实施例,所述硝酸-石油醚体系中含有硝酸、过氧化氢、水以及石油醚。

[0010] 根据本发明的一些实施例,所述石油醚的沸程为 60℃-90℃。

[0011] 根据本发明的一些实施例,所述步骤 a) 包括:a-1) 在所述油脂样品中加入硝酸、过氧化氢,并将其至于 60~90℃ 水浴震荡 10min~2h 后,在其中加入水继续并继续振荡

10min ~ 2h ;a-2) 在上述溶液中加入所述石油醚,并在 30 ~ 60℃水浴继续震荡 10min ~ 2h,得到萃取前液 ;以及 a-3) 将所述萃取前液倒入分液漏斗进行分层,得到硝酸馏分和石油醚馏分。

[0012] 根据本发明的一些实施例,所述步骤 a) 还包括 :a-4) 用硝酸清洗步骤 a-3) 的分液漏斗,并将清洗后液加入步骤 3) 所得的石油馏分中,此后将其置于 30 ~ 60℃水浴继续震荡 10min ~ 2h ;a-5) 将步骤 a-4) 震荡后的液体通过分液漏斗进行分层以得到硝酸馏分和石油醚馏分 ;以及 a-6) 重复上述步骤 a-4) 和步骤 a-5) 2 ~ 4 次,合并各步骤得到的硝酸馏分。

[0013] 根据本发明的一些实施例,所述步骤 b) 具体包括 :b-1) 以硝酸配置所述杂质金属元素的标准溶液,以所述硝酸作为标准空白溶液,并通过 ICP-AES 分析所述标准溶液和标准空白溶液中各杂质元素的发射强度而绘制杂质金属的标准曲线和标准空白曲线 ;b-2) 利用 ICP-AES 测试所述硝酸馏分中的杂质金属元素的发射强度 ;以及 b-3) 根据步骤 b-2) 中得到的所述硝酸馏分中的杂质金属元素的发射强度与所述标准曲线以及标准空白曲线并通过下式计算得到所述杂质元素的含量,

[0014] $W = (C - C_0)V/m$

[0015] 其中, W 表示样品中被测元素的质量浓度, C 表示自标准曲线上查得的样品溶液中待测元素的质量浓度, C_0 表示自标准空白曲线上查得的样品溶液中待测元素的质量浓度, V 表示样品溶液的体积, m 表示样品质量。

[0016] 根据本发明的一些实施例,所述石油醚与所述油脂样品的比例为 15 ~ 25ml 石油醚 /1g 油脂样品。

[0017] 根据本发明的一些实施例,所述石油醚与所述油脂样品的比例为 20ml 石油醚 /1g 油脂样品。

[0018] 根据本发明的一些实施例,所述硝酸的浓度为 25 ~ 35wt %。

[0019] 根据本发明的一些实施例,所述硝酸的浓度为 30wt %。

[0020] 本发明的附加方面和优点将在下面的描述中部分给出,部分将从下面的描述中变得明显,或通过本发明的实践了解到。

具体实施方式

[0021] 下面详细描述本发明的实施例。需要理解的是,下面描述的实施例是示例性的,仅用于解释本发明,而不能理解为对本发明的限制。

[0022] 需要说明的是,为了对本发明的方法的可行性、测试精度进行评价,在下述说明中,“样品”指在润滑油中加入有预定量的杂质金属元素所得的混合液,“样品空白”指硝酸 - 石油醚体系,“标准溶液”指在硝酸溶液中加入预定量的杂质元素得到的混合液,“标准空白”为硝酸溶液。

[0023] 根据本发明实施例的利用 ICP-AES 测定油脂样品中杂质金属元素的方法,包括以下步骤 :

[0024] a) 利用硝酸 - 石油醚体系对所述油脂样品进行萃取分离,得到硝酸馏分和石油醚馏分。

[0025] 其中,硝酸 - 石油醚体系中可以含有硝酸、过氧化氢、水以及石油醚。

[0026] 由于石油醚与水不互溶,利用石油醚对润滑油的良好溶解性,萃取分离润滑油及其含有的金属元素。但当润滑油称样量过大或石油醚加入量过小时,在萃取过程中就会产生“乳化现象”,油层与水层不能有效地分离,最终测试结果偏低。因此,优选所述石油醚与所述油脂样品的比例为 15 ~ 25ml 石油醚 /1g 油脂样品,进一步优选所述石油醚与所述油脂样品的比例为 20ml 石油醚 /1g 油脂样品。

[0027] 关于所述石油醚没有特殊的限制,例如可以使用沸程为 60℃ -90℃ 的任意石油醚。

[0028] 此外,考虑到当酸浓度较低时,萃取效率较低,而如果酸浓度过高,则溶液粘度增大,从而导致雾化器雾化效率降低,将导致测试结果偏低。为此,优选所述硝酸的浓度为 25 ~ 35wt%,更优选所述硝酸的浓度为 30wt%。

[0029] 在本发明的一些实施例中,本步骤可以具体包括以下步骤:

[0030] a-1) 在所述油脂样品中加入硝酸、过氧化氢,并将其至于 60 ~ 90℃ 水浴震荡 10min ~ 2h 后,在其中加入水继续并继续振荡 10min ~ 2h;

[0031] a-2) 在上述溶液中加入所述石油醚,并在 30 ~ 60℃ 水浴继续震荡 10min ~ 2h,得到萃取前液;以及

[0032] a-3) 将所述萃取前液倒入分液漏斗进行分层,得到硝酸馏分和石油醚馏分。

[0033] 此外,为了更准确地进行测定,所述步骤 a) 还可以包括以下步骤:

[0034] a-4) 用硝酸清洗步骤 a-3) 的分液漏斗,并将清洗后液加入步骤 3) 所得的石油馏分中,此后将其置于 30 ~ 60℃ 水浴继续震荡 10min ~ 2h;

[0035] a-5) 将步骤 a-4) 震荡后的液体通过分液漏斗进行分层以得到硝酸馏分和石油醚馏分;以及

[0036] a-6) 重复上述步骤 a-4) 和步骤 a-5) 2 ~ 4 次,合并各步骤得到的硝酸馏分。

[0037] b) 利用 ICP-AES 测试所述硝酸馏分中的杂质金属元素的强度,以便计算得到所述杂质元素的含量。

[0038] 在本发明的一些实施例中,本步骤可以具体包括以下步骤:

[0039] b-1) 以硝酸配置所述杂质金属元素的标准溶液,以所述硝酸作为标准空白溶液,并通过 ICP-AES 分析所述标准溶液和标准空白溶液中各杂质元素的发射强度而绘制杂质金属的标准曲线;

[0040] b-2) 利用 ICP-AES 测试所述硝酸馏分中的杂质金属元素的发射强度;以及

[0041] b-3) 根据步骤 b-2) 中得到的所述硝酸馏分中的杂质金属元素的发射强度与所述标准曲线以及标准空白曲线并通过下式计算得到所述杂质元素的含量,

[0042]
$$W = (C - C_0)V/m$$

[0043] 其中,C 表示自标准曲线上查得的样品溶液中待测元素的质量浓度, C_0 表示自标准空白曲线上查得的样品溶液中待测元素的质量浓度,V 表示样品溶液的体积,m 表示样品质量。

[0044] 由此,可以有效地消除因硝酸中所含有的杂质元素带来的影响,能够更进一步地提高检测精度。

[0045] 下面通过具体示例描述本发明。

[0046] 1.1 试剂

[0047] 去离子水 ($\geq 18.25\text{M}\Omega$);硝酸 (优级纯, merck);过氧化氢 (优级纯, merck);石油醚 ($60^{\circ}\text{C}-90^{\circ}\text{C}$ 沸程) (分析纯, 重蒸馏 3 次后使用);Ba、Mn、Fe、Mg、Cr、Cu、Ni、Pb、Cd 标准物质 (1000mg/L , merck);GBW(E) 130129 润滑油标准物质 (各种杂质元素含量: 10.0mg/kg , 空军油料研究所);GBW(E) 130130 润滑油标准物质 (各种杂质元素含量: 30.0mg/kg , 空军油料研究所);GBW(E) 130131 润滑油标准物质 (各种杂质元素含量: 50.0mg/kg , 空军油料研究所);GBW(E) 130132 润滑油标准物质 (各种杂质元素含量: 100.0mg/kg , 空军油料研究所)。

[0048] 1.2 仪器与设备

[0049] 电感耦合等离子体原子发射光谱仪 (ICP2000, 江苏天瑞仪器股份有限公司);水浴恒温振荡器 (SHA-B, 巩义予华仪器有限责任公司);分液漏斗 (250ml)。

[0050] 1.3 分析条件

[0051] 按表 1 设置仪器参数及元素测定波长。表 1 仪器参数及元素测定波长

	参数		设定值
[0052]	钡元素测定波长		233.527nm
	锰元素测定波长		257.610nm
	铁元素测定波长		238.204nm
	镁元素测定波长		285.213nm
	铬元素测定波长		267.716nm
	铜元素测定波长		327.393nm
	镍元素测定波长		231.604nm
	铅元素测定波长		220.353nm
	镉元素测定波长		228.802nm
	功率		1300W
	等离子体流量		650L/h
	载气流量		20L/h
	蠕动泵流速		1.5L/min

[0053] 1.4 样品溶液的制备

[0054] 1.4.1 称取 1.0g 左右的润滑油样品 GBW(E) 130129、GBW(E) 130130、GBW(E) 130131、GBW(E) 130132 (精确至 0.0001g) 至 250ml 的具塞平底烧瓶中。加入 5ml 的 $30\text{wt}\%$ 硝酸, 3ml 过氧化氢, 85°C 水浴震荡 30min 后, 加入 10ml 水, 60°C 水浴震荡 30min 。

[0055] 接着, 在其中加入 20ml 石油醚, 在 60°C 水浴中继续震荡 30min 。趁热将混合溶液倒至分液漏斗中, 静置分层。将其中的硝酸馏分滴入 100ml 容量瓶而将石油醚馏分重新滴入具塞平底烧瓶。

[0056] 1.4.2 用 15ml 的 $30\text{wt}\%$ 硝酸少量多次清洗分液漏斗, 并将清洗液合并至具塞平底烧瓶, 60°C 水浴震荡 30min , 趁热将混合溶液倒至分液漏斗中, 静置分层。将硝酸馏分滴入 100ml 容量瓶, 石油醚馏分重新滴入具塞平底烧瓶。

[0057] 1.4.3 此后, 重复上述步骤 1.4.2 操作 3 次。

[0058] 1.4.4 合并上述各步骤中所得到的硝酸馏分,定容至 100ml,作为 ICP-AES 的样品溶液而待测。

[0059] 1.5 样品空白溶液的制备

[0060] 为了消除硝酸-石油醚体系所引入的影响,本发明中以硝酸-石油醚为样品空白,并制备了样品空白溶液的试样。

[0061] 除了未添加润滑油样品之外,以与上述 1.4 步骤相同的过程制备样品空白溶液。

[0062] 1.6 标准曲线的制作

[0063] 考虑到 1.4 和 1.5 中在制备样品和样品空白中所使用硝酸在定容后为的浓度为大致 15wt%,以表 2 所示的各试样的杂质浓度为目标浓度,在 15wt%硝酸溶液中加入不同体积的 1000mg/L 的各元素标准物质,最终定容至 100ml,来配制不同的标准溶液。另一方面,为了去除硝酸中杂质元素的影响,以 15wt%硝酸溶液为标准空白溶液。

[0064] 通过 ICP2000 分析所述标准溶液和标准空白溶液中各杂质元素所对应波长的发射强度,并以标准溶液所对应的发射强度减去标准空白溶液所对应的发射强度来绘制杂质金属的标准曲线,标准曲线的线性系数表 2 所示。

[0065] 表 2 标准曲线的制作

[0066]

标准溶液试样	各标准试样中各种杂质元素的浓度 (mg/L)								
	Ba	Mn	Fe	Mg	Cr	Cu	Ni	Pb	Cd
STD1(标准空白)	0	0	0	0	0	0	0	0	0
STD2	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
STD3	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
STD4	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
STD5	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
线性相关系数	0.9999	0.9999	0.9999	0.9999	0.9999	0.9999	0.9999	0.9999	0.9999

[0067] 1.7 测定

[0068] 根据步骤 b-2) 中得到的所述硝酸馏分中的杂质金属元素的发射强度与所述标准曲线并通过下式计算得到所述杂质元素的含量,

[0069] $W = (C - C_0)V/m$

[0070] 其中, W 表示样品中被测元素的质量浓度,单位为 mg/kg ;C 表示自标准曲线上查得的样品溶液中待测元素的质量浓度,单位 mg/L ; C_0 表示自标准曲线上查得的样品溶液中待测元素的质量浓度,单位为 mg/l ;V 表示样品溶液的体积(本示例中定容至 100ml,即该 V 为 100ml),单位为 ml ;m 表示样品质量,单位为 g。

[0071] 2. 结果讨论

[0072] 2.1 石油醚对测试结果的影响

[0073] 石油醚与水不互溶,利用石油醚对润滑油的良好溶解性,萃取分离润滑油及其含有的金属元素。但当润滑油称样量过大或石油醚加入量过小时,在萃取过程中就会产生“乳化现象”,油层与水层不能有效地分离,最终测试结果偏低。表 3 表示取样量为 1g 时,通过肉眼观察实验过程中的乳化现象的结果。从表 3 可以看出,当石油醚加入量 20ml 时,萃取

过程不会产生乳化现象,测试结果准确可靠。

[0074] 表 3 石油醚加入量与萃取效果关系

[0075]

石油醚加入量 (ml/g 样品)	萃取效果
5	乳化明显
10	少量乳化
15	微量乳化
20	无明显乳化

[0076] 2.2 酸浓度对测试结果的影响

[0077] 为考察酸度对测试结果的影响,以不同酸度的硝酸溶液萃取润滑油标准样品 GBW(E)130130, ICP-AES 测定其中目标元素,测试结果如表 4 所示。从表 3 数据可以看出,酸浓度较低时,萃取效率较低,当酸浓度介于 25wt% - 35wt% 时,萃取效果较好。本方法选择 30wt% 的硝酸作为萃取溶液,同时采用基体匹配的方式消除高酸度的基体效应。

[0078] 表 4 酸浓度对测试结果影响

元素	测试结果 (mg/kg)				
	5wt%硝酸	10wt%硝酸	25wt%硝酸	30wt%硝酸	35wt%硝酸
Ba	24.5	25.9	28.6	30.6	30.5
Mn	21.6	24.3	27.8	31.8	32.1
Fe	22.5	23.5	27.8	32.1	32.2
Mg	23.6	23.8	27.6	31.8	32.3
Cr	23.4	24.6	28.6	30.6	30.8
Cu	24.8	25.7	27.1	31.6	31.4
Ni	24.9	25.9	28.8	32.3	32.5
Pb	20.5	23.6	27.8	32.9	32.2
Cd	20.7	24.1	27.9	28.5	28.3

[0080] 2.3 方法检出限

[0081] 在上述优化条件下进行方法检出限实验。将样品空白测试 11 次,计算空白多次测量的标准偏差 S_b ,并根据下式计算各元素方法检出限,结果如表 5 所示。

[0082] $DL = kS_b/S$

[0083] 其中, DL 为各元素方法检出限; $k = 3$, 置信概率为 90%; S 为方法灵敏度,即标准曲线回归方程斜率。

[0084] 表 5 方法检出限 (单位:mg/kg)

[0085]

	Ba	Mn	Fe	Mg	Cr	Cu	Ni	Pb	Cd
--	----	----	----	----	----	----	----	----	----

方法检出限	0.28	0.36	0.27	0.39	0.30	0.27	0.33	0.33	0.30
-------	------	------	------	------	------	------	------	------	------

[0086] 2.4 测试结果的准确度与精密度

[0087] 为考察方法的准确度与精密度,连续测量标准样品 GBW(E) 130129、GBW(E) 130130、GBW(E) 130131、GBW(E) 130132 各 11 次,测试结果及 RSD 如表 6 所示:

[0088] 表 6 测试结果准确度与精密度

[0089]

测试元素		Ba	Mn	Fe	Mg	Cr	Cu	Ni	Pb	Cd
GBW(E) 130129	标准值(mg/kg)	10	10	10	10	10	10	10	10	10
	测试均值(mg/kg)	9.2	10.8	9.0	10.3	10.1	10.1	10.4	9.7	10.1
	回收率/%	92	108	90	103	101	101	104	97	101
	RSD/%	0.37	1.17	0.23	1.62	0.26	1.64	0.48	2.04	0.40
GBW(E) 130130	标准值(mg/kg)	30	30	30	30	30	30	30	30	30
	测试均值(mg/kg)	30.6	31.8	32.1	31.8	30.6	31.6	32.3	32.9	28.5
	回收率/%	102.0	106.0	107.0	106.0	102.0	105.3	107.7	109.6	94.0
	RSD/%	0.73	0.51	0.65	1.01	0.64	1.21	0.35	0.22	0.24
GBW(E) 130131	标准值(mg/kg)	50	50	50	50	50	50	50	50	50
	测试均值(mg/kg)	52.6	53.8	50.8	53.9	51.5	52.9	51.5	53.1	47.2
	回收率/%	105.2	107.6	101.6	107.8	103.0	105.8	103.0	106.2	94.4
	RSD/%	0.94	0.65	0.88	1.06	0.80	0.95	0.12	0.48	0.68
GBW(E) 130132	标准值(mg/kg)	100	100	100	100	100	100	100	100	100
	测试均值(mg/kg)	108.4	102.5	107.5	102.8	107.8	104.5	106.2	98.4	92.8
	回收率/%	108.4	102.5	107.5	102.8	107.8	104.5	106.2	98.4	92.8
	RSD/%	0.59	0.64	0.90	0.76	0.75	0.85	0.46	0.64	0.48

[0090] 3. 结论

[0091] 通过上述示例可知,采用 HNO_3 -石油醚体系萃取分离油脂样品及其杂质元素,ICP-AES 测定硝酸萃取溶液中的杂质元素,测试结果准确度高,精密度好。同时相对于无机处理法与有机进样法,具有环保、试剂用量少、无废气污染,无需加热板和微波消解仪等加热辅助设备,测试过程无积碳沉积、熄火现象,无需导入氧气,无需更改仪器结构等优点。因此本方法可以广泛用于油脂样品中杂质金属元素的测定。

[0092] 在本说明书的描述中,参考术语“一个实施例”、“一些实施例”、“示例”、“具体示例”、或“一些示例”等的描述意指结合该实施例或示例描述的具体特征、结构、材料或者特点包含于本发明的至少一个实施例或示例中。在本说明书中,对上述术语的示意性表述不一定指的是相同的实施例或示例。而且,描述的具体特征、结构、材料或者特点可以在任何一个或多个实施例或示例中以合适的方式结合。

[0093] 尽管已经示出和描述了本发明的实施例,本领域的普通技术人员可以理解:在不脱离本发明的原理和宗旨的情况下可以对这些实施例进行多种变化、修改、替换和变型,本

发明的范围由权利要求及其等同物限定。