ICP–AES 法测定蔬菜中的 9 种常量与微量矿物质元素

ICP-068

摘要： 本实验采用微波消解法前处理蔬菜样品，ICP–AES 法测定了圆白菜 GBW1001 标准物质中的 9 种常量与微量矿物质元素的含量。实验结果表明，该方法线性相关系数良好，检出限低，可同时测定蔬菜中的常微量元素；该方法精密度高，分析结果与标准值相吻合。

关键词： 蔬菜 圆白菜 常量 微量 矿质元素

随着营养学和医学的不断发展，矿质元素与人体健康的关系得到了越来越深入的认识。任何一种人体必需的微量元素的缺乏、过量或某些元素间的比例失调都会对人的健康造成一定影响。蔬菜作为人们生活中的主要副食，是矿质营养元素的重要来源之一，因此通过食用蔬菜来补充和调节人体矿质营养平衡无疑是一条安全而方便的途径。因此蔬菜中矿物质元素的快速测定是蔬菜日常分析必不可少的内容。

本文采用微波消解法消解蔬菜样品，用岛津公司全谱型电感耦合等离子体发射光谱仪 ICPE–9000（CCD 检测器）的轴向和纵向同时测定了圆白菜 GBW1001 标准物质中的 9 种常量与微量矿物质元素的含量。

实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPE–9000 全谱发射光谱仪

1.2 实验器皿及试剂

实验所用玻璃器皿均用硝酸溶液（1+1）浸泡 24 小时后，用去离子水冲洗，干燥备用；实验所用 HNO_3 和 H_2O_2 试剂优级纯试剂，实验用水为超纯去离子水。

1.3 样品的前处理

称取 0.5 g 试样于聚四氟乙烯微波消解内罐中，加入 6 mL HNO_3，待剧烈反应完成后加入 2 mL 30% 的 H_2O_2，摇匀，反应一段时间后盖上聚四氟乙烯上盖，静置过夜后，装入微波消解炉消解。消解完毕后冷却至室温，将溶液转移至 50 mL 容量瓶，用纯水定容至刻度，待测。同法制备方法空白。

1.4 仪器参数

仪器工作条件如表 1 所示。

表1 仪器工作条件

观测方向	雾化器类型	矩管类型	雾化室	辅助气流速 (L/min)	等离子气流速 (L/min)	载气流速 (L/min)	高频频率 (MHz)	高频输出功率 (kW)
轴向/纵向	同心	Mini	旋流	0.6	10	0.7	27.12	1.2

结果与讨论

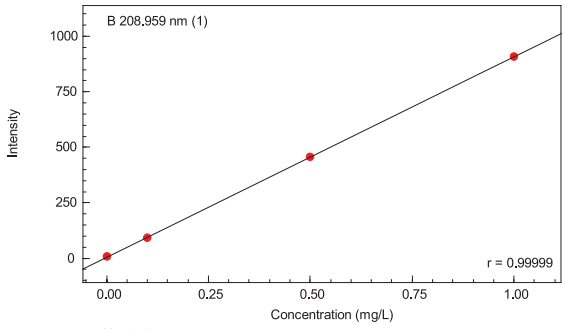
2.1 标准曲线配制

使用 10% 硝酸配制混合标准溶液，如表 2。

表2 各元素标准曲线浓度及波长

元素	分析波长（nm）	观测方式	标准曲线浓度						单位
			Blank	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	
B	208.959	轴向	0	0.1	0.5	1	-	-	mg/L
Mn	260.569	轴向	0	0.1	0.5	1	-	-	mg/L
Sr	407.771	轴向	0	0.1	0.5	1	-	-	mg/L
Zn	206.200	轴向	0	0.1	0.5	1	-	-	mg/L
Fe	238.204	轴向	0	0.5	2.5	5	-	-	mg/L
Mg	285.213	纵向	0	-	0.0005	0.0025	0.005	-	%
Ca	422.673	纵向	0	-	-	0.0005	0.005	0.01	%
Na	589.592	纵向	0	-	-	0.00075	0.0075	0.015	%
K	238.204	纵向	0	-	-	0.001	0.01	0.02	%

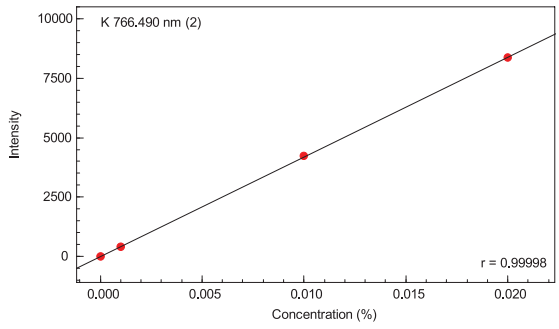
2.2 部分元素的标准曲线



计算公式： Conc. = a * I ^3 + b * I ^2 + c * I + d

系数： a = 0.0000000 c = 0.0011064 权重： 无
b = 0.0000000 d = -0.0060684 零截距： 无

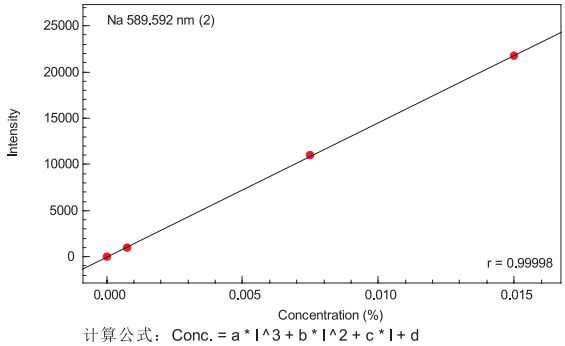
图1 B的标准曲线



计算公式： Conc. = a * I ^3 + b * I ^2 + c * I + d

系数： a = 0.0000000 c = 2.388628e-006 权重： 无
b = 0.0000000 d = -3.081647e-005 零截距： 无

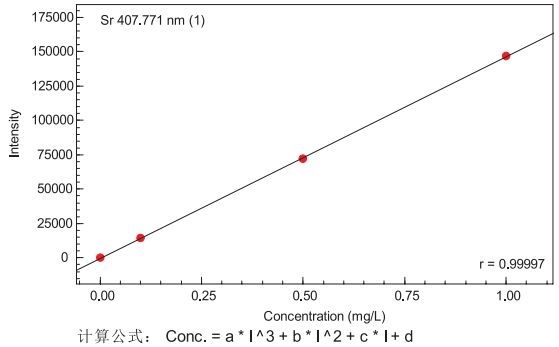
图2 K的标准曲线



计算公式： Conc. = a * I ^3 + b * I ^2 + c * I + d

系数： a = 0.0000000 c = 6.876152e-007 权重： 无
b = 0.0000000 d = 5.451986e-006 零截距： 无

图3 Na的标准曲线



计算公式： Conc. = a * I ^3 + b * I ^2 + c * I + d

系数： a = 0.0000000 c = 6.803508e-006 权重： 无
b = 0.0000000 d = 0.0026001 零截距： 无

图4 Sr的标准曲线

2.3 部分元素谱峰轮廓图

B 208.959 Best
条件1

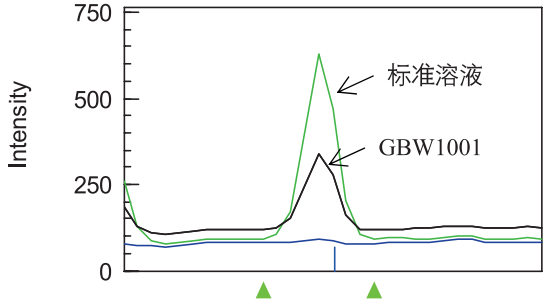


图5 B的谱峰轮廓图

K 766.490 Best
条件2

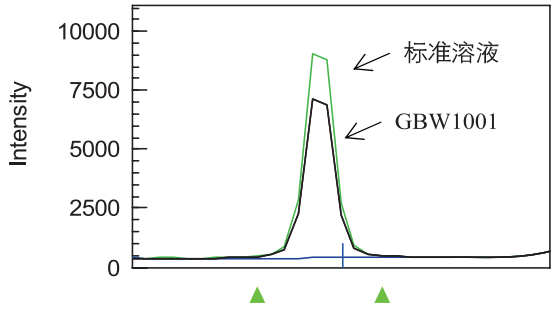


图6 K的谱峰轮廓图

Na 589.592 Best
条件2

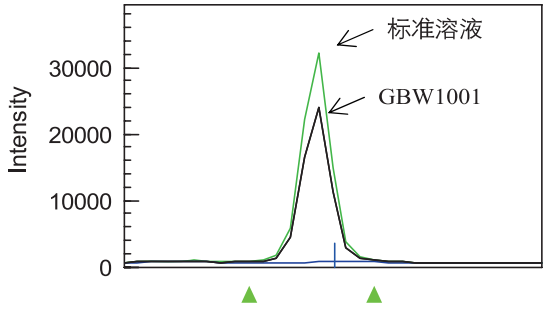


图7 Na的谱峰轮廓图

Sr 407.771 Best
条件1

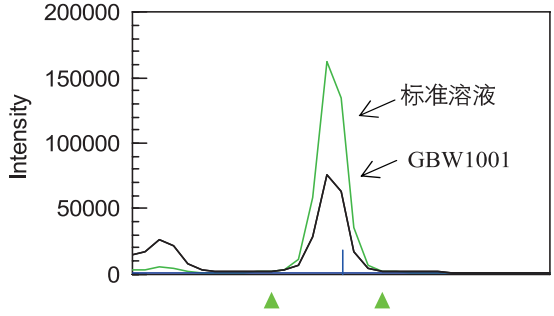


图8 Sr的谱峰轮廓图

2.4 圆白菜样品分析结果及检出限

使用 ICP–AES 法直接测定圆白菜标准样品中的常量与微量矿物质元素，同时对样品空白的分析元素进行 10 次测定，取 3 倍的空白标准偏差所对应的浓度即为各元素的检出限。

表3 圆白菜样品分析结果

元素	检出限 (mg/L)	GBW1001			
		标准值	测定值	RSD (%)	单位
B	0.006	19.6±1.7	20.9	0.54	mg/kg
Mn	0.001	19±0.8	18.3	0.93	mg/kg
Sr	0.0001	48±3	46.6	0.29	mg/kg
Zn	0.02	26±2	24.4	0.73	mg/kg
Fe	0.02	98±10	90.0	1.08	mg/kg
Mg	0.0001	0.241±0.015	0.230	0.17	%
Ca	0.03	0.7±0.02	0.685	0.16	%
Na	0.17	1.09±0.06	1.13	0.21	%
K	0.40	1.55±0.06	1.57	0.30	%

结论

采用微波消解法前处理蔬菜标准样品，ICP–AES 法轴向和纵向同时测定了圆白菜 GBW01001 标准物质中的 9 种常量与微量矿物质元素的含量。该方法线性范围宽，检出限低，精密度高，分析结果与标准值相吻合，该方法适应于大批量蔬菜中常量与微量元素含量的日常分析。