

ICP-AES 测定蜂蜜中的十七种金属元素

ICP-059

摘要: 参考《GBT 18932.11 蜂蜜中钾、磷、铁、钙、锌、铝、钠、镁、硼、锰、铜、钡、钛、钒、镍、钴、铬含量的测定方法》国家标准, 采用微波消解法系统消解蜂蜜样品, 使用全谱直读电感耦合等离子体光谱仪 ICPE-9000, ICP-AES 法测定蜂蜜中 Al, B, Ba, Ca, Co, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, Ni, P, Ti, V 和 Zn 十七种常规金属元素含量。实验结果表明, 该方法线性相关系数良好, 能够同时测定高含量和低含量的十七种金属元素, 具有快速、高效、清洁、污染少等优点, 完全能满足蜂蜜常规元素分析的要求。

关键词: 蜂蜜 金属元素 ICP-AES GBT 18932

蜂蜜是大众所喜爱的食品, 被广泛应用于日常生活和食品工业中, 其食用安全问题, 特别是金属类微量元素的毒性, 日益受到消费者的重视。传统微量元素的分析方法多使用原子吸收分光光度计进行测量, 但多种元素全部测量的时候, 就会需要花费大量时间, 费时费力。

本法使用电感耦合等离子发射光谱仪一次分析对蜂蜜样品中 Al, B, Ba, Ca, Co, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, Ni, P, Ti, V 和 Zn 十七种元素同时测定, 能够快速、准确的测量蜂蜜中的多种微量元素。

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 HNO₃、HCl、HF 和 H₂O₂ 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

称量 1.0 g 蜂蜜样品置于消解罐中, 加入 3 mL

HNO₃, 3 mL H₂O₂, 放置 1 h 后, 盖上消解罐盖, 放入微波消解仪中按照设定程序消解。消解结束后冷却, 取出。用去离子水定容至 50 mL, 摇匀备用; 并按上述手续操作, 制备试剂空白溶液。

1.4 仪器参数

使用微型炬管、同心雾化器和旋流雾室为进样系统。配制 Al, B, Ba, Ca, Co, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, Ni, P, Ti, V 和 Zn 的标准溶液。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	炬管类型	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	同心	Mini	旋流	0.6	10	0.7	27.12	1.2

结果与讨论

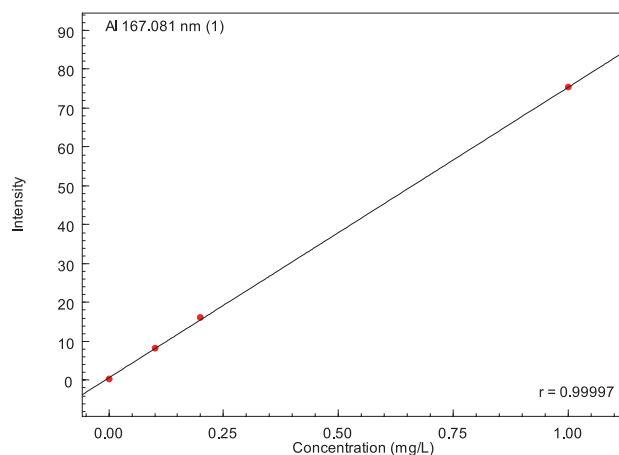
2.1 标准曲线

配制 Al, B, Ba, Ca, Co, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, Ni, P, Ti, V 和 Zn 的不同浓度标准溶液, 如表 2。

表 2 各元素标准曲线浓度

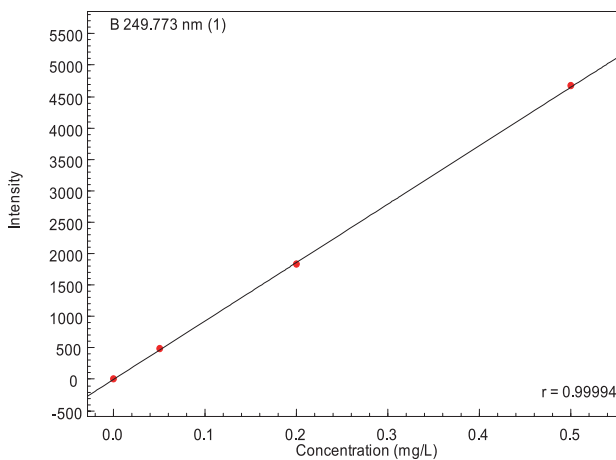
元素	标准曲线浓度(mg/L)			
	STD1	STD2	STD3	STD4
Al	0	0.100	0.200	1.000
B	0	0.050	0.200	0.500
Ba	0	0.001	0.002	0.010
Ca	0	0.400	2.000	4.000
Co	0	0.002	0.010	0.020
Cr	0	0.002	0.010	0.020
Cu	0	0.020	0.100	0.200
Fe	0	0.200	1.000	2.000
K	0	1.000	2.000	10.000
Mg	0	0.100	0.200	1.000
Mn	0	0.010	0.020	0.100
Na	0	2.000	4.000	10.000
Ni	0	0.050	0.200	0.500
P	0	0.100	0.200	1.000
Ti	0	0.050	0.100	0.200
V	0	0.001	0.002	0.010
Al	0	0.100	0.200	1.000

使用 ICP-AES 法测量各元素的标准曲线如下:



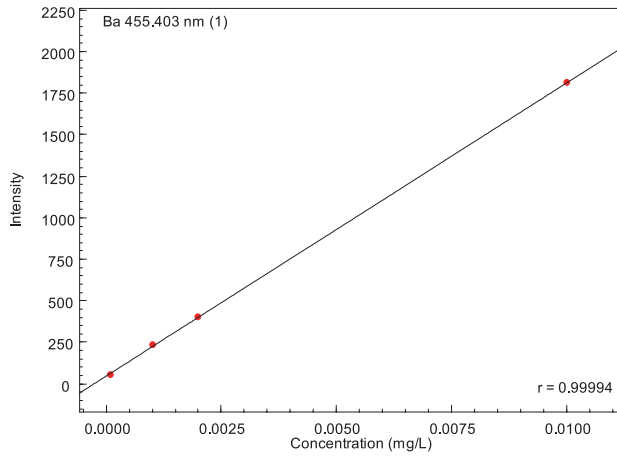
R=0.99997

图 1 铝的标准曲线



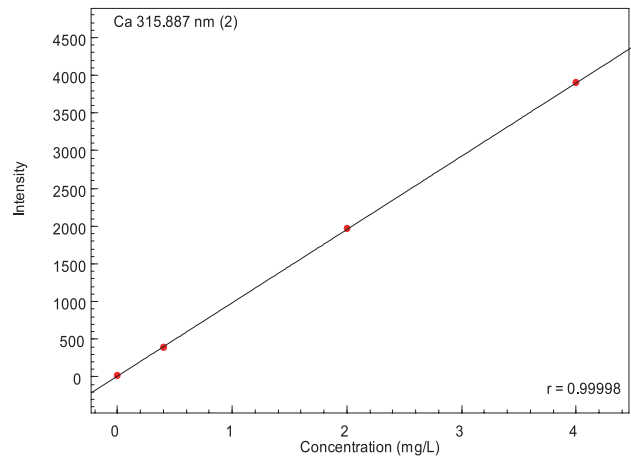
R=0.99994

图 2 硼的标准曲线



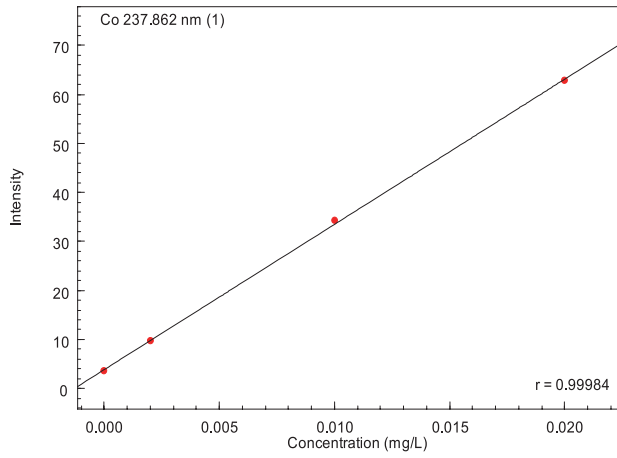
R=0.99994

图 3 钡的标准曲线



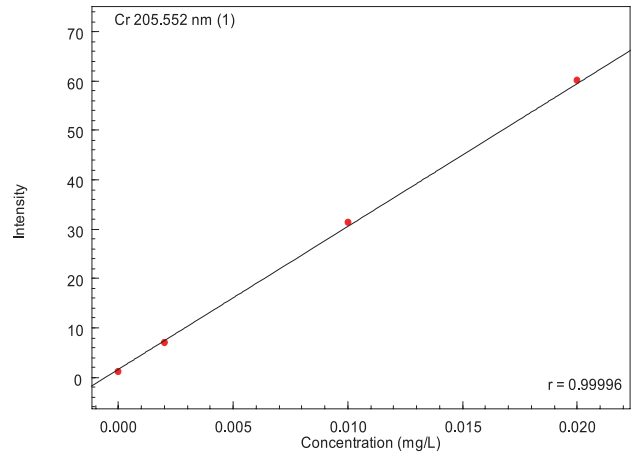
R=1.00000

图 4 钙的标准曲线



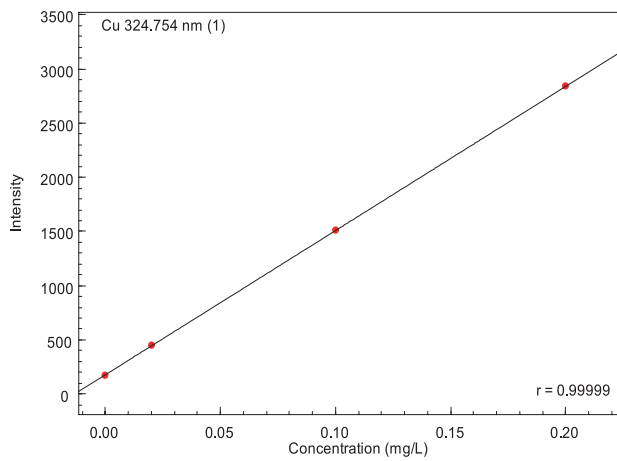
R=0.99984

图 5 钴的标准曲线



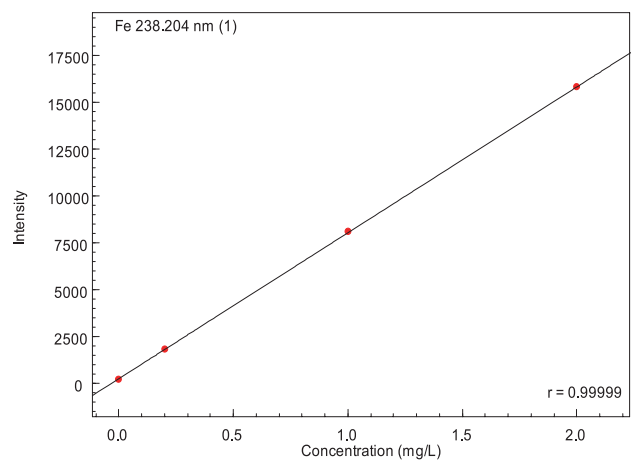
R=0.99996

图 6 铬的标准曲线



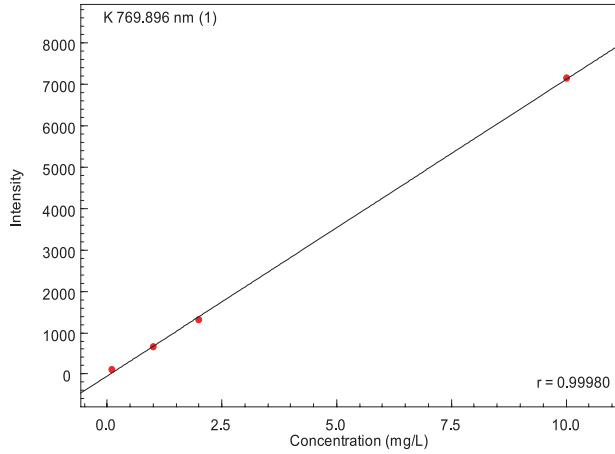
R=0.99999

图 7 铜的标准曲线



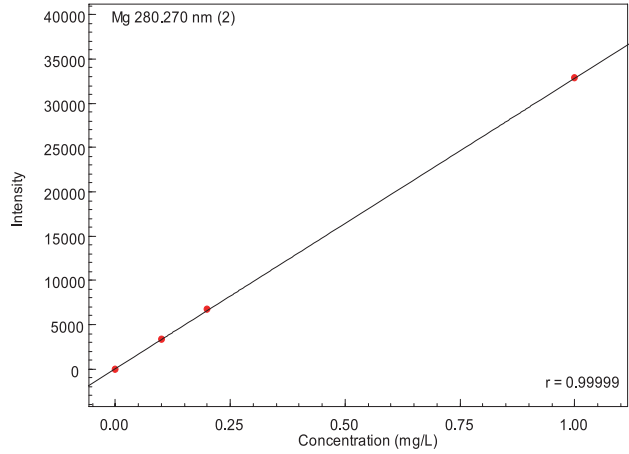
R=0.99999

图 8 铁的标准曲线



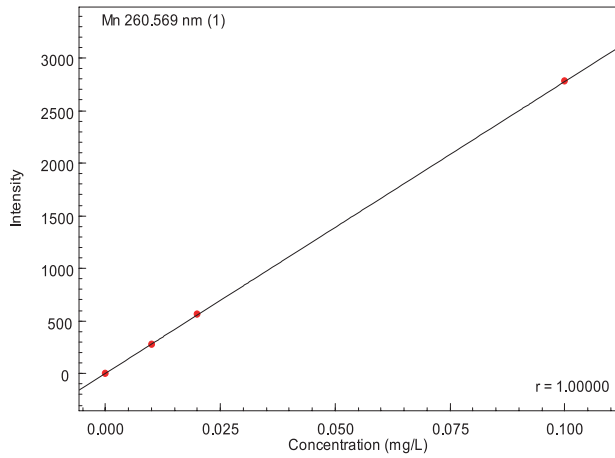
R=0.99988

图 9 钾的标准曲线



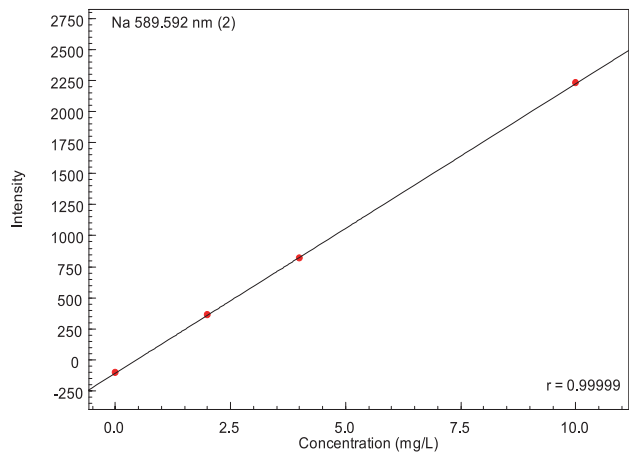
R=0.99997

图 10 镁的标准曲线



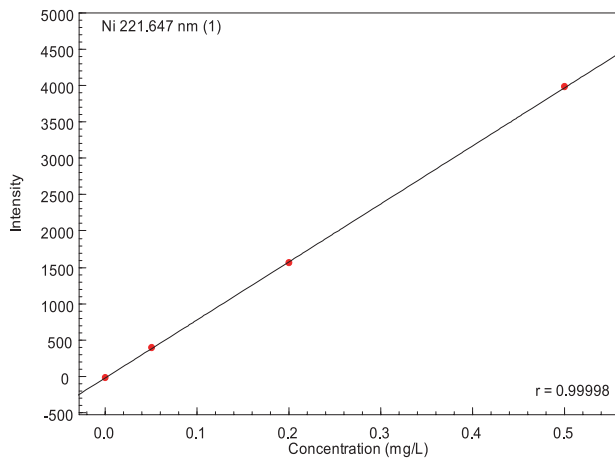
R=1.00000

图 11 锰的标准曲线



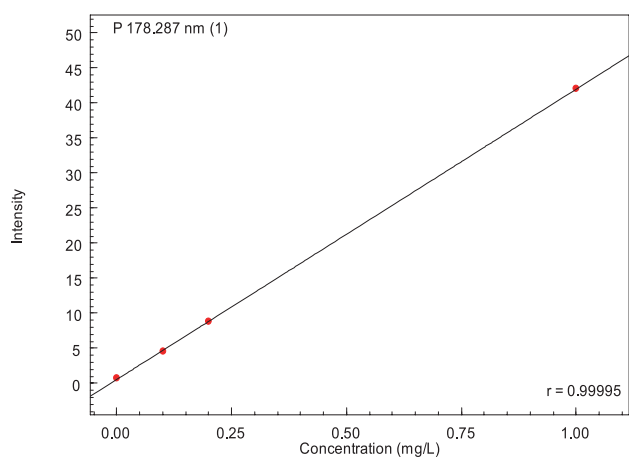
R=0.99999

图 12 钠的标准曲线



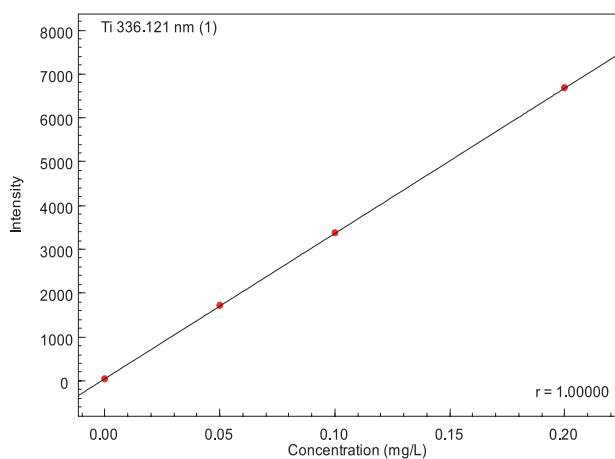
R=0.99998

图 13 镍的标准曲线



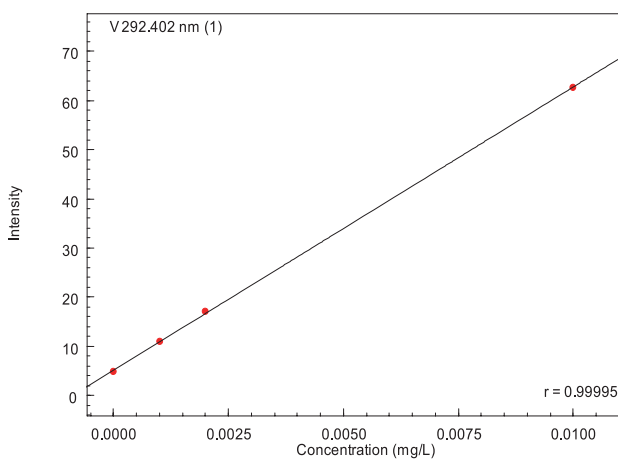
R=0.99995

图 14 磷的标准曲线



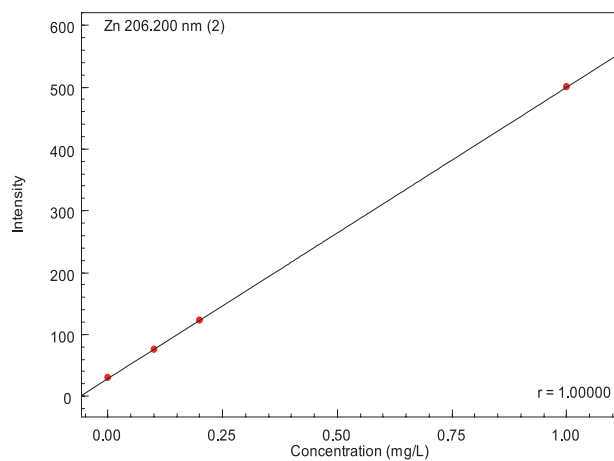
R=1.00000

图 15 钛的标准曲线



R=0.99995

图 16 钒的标准曲线



R=1.00000

图 17 锌的标准曲线

2.2 蜂蜜样品分析结果及检出限

使用 ICP-AES 法直接测量蜂蜜样品，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 蜂蜜样品分析结果及检出限

元素	测定数据 (mg/L)	RSD (%)	检出限 ($\mu\text{g/L}$)	蜂蜜中含量 (mg/Kg)
Al	0.0405	4.15	9.50	1.69
B	0.081	0.58	0.28	3.49
Ba	N.D. ¹	3.77	0.07	N.D. ¹
Ca	1.5900	0.29	3.88	66.25
Co	N.D. ¹	12.14	0.58	N.D. ¹
Cr	N.D. ¹	11.89	0.66	N.D. ¹
Cu	N.D. ¹	16.17	3.18	N.D. ¹

Fe	0.7010	0.45	5.31	29.21
K	3.9700	1.08	9.32	165.42
Mg	0.3850	0.20	0.08	16.04
Mn	0.0087	0.70	0.05	0.36
Na	3.9700	0.04	8.13	157.92
Ni	N.D. ¹	23.22	1.39	N.D. ¹
P	0.7930	0.063	8.22	33.042
Ti	N.D. ¹	4.72	0.21	N.D. ¹
V	N.D. ¹	25.94	0.40	N.D. ¹
Zn	0.0386	1.81	2.23	1.61

注¹: N.D. 未检出。(测量值低于定量限。)

2.3 蜂蜜样品回收率

按实验方法对蜂蜜样品进行加标回收率分析, 其结果见表 4。

表 4 蜂蜜样品回收率值

元素	加标前含量 (mg/L)	加标量 (mg/L)	加标后含量 (mg/L)	回收率 (%)
Al	0.0405	0.200	0.2440	101.8
B	0.0837	0.200	0.264	90.2
Ba	0.0021	0.002	0.0041	100.0
Ca	1.5900	0.400	2.0300	110.0
Co	0.0005	0.002	0.0024	95.0
Cr	0.0006	0.002	0.0028	110.0
Cu	0.0005	0.020	0.0200	97.5
Fe	0.7010	0.200	0.8990	99.0
K	3.9700	2.000	6.0400	103.5
Mg	0.3850	0.200	0.5820	98.5
Mn	0.0087	0.020	0.0276	94.5
Na	3.9700	0.400	4.2200	107.5
Ni	0.0026	0.200	0.1890	93.2
P	0.7930	0.200	0.9770	92.0
Ti	0.0030	0.200	0.206	101.5
V	0.0001	0.002	0.0020	95.0
Zn	0.0386	0.200	0.2250	93.2

■ 结论

依据《GBT 18932.11-2002 蜂蜜中钾、磷、铁、钙、锌、铝、钠、镁、硼、锰、铜、钡、钛、钒、镍、钴、铬含量的测定方法 电感耦合等离子体原子发射光谱 (ICP-AES) 法》国家标准, 采用微波消解法系统消解蜂蜜样品, 使用 ICP-AES 法测定蜂蜜中 Al, B, Ba, Ca, Co, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, Ni, P, Ti, V 和 Zn 十七种常规金属元素含量。实验结果表明, 该方法线性关系良好, 回收率高, 能够同时测量十七种金属元素, 具有快速、高效、清洁、污染少等优点, 完全能满足蜂蜜常规元素分析的要求。