

EDX-ALTRACE 快速筛选分析叶类蔬菜及其制品中常见无机元素含量

EDX-119

摘要： 每日膳食安全食品并均衡摄入各类身体需求元素，避免过多摄入有害重金属元素，对我们的健康非常重要。使用岛津 EDX-ALTRACE 能量色散型 X 射线荧光光谱仪建立叶类蔬菜及其制品中常见的无机元素工作曲线，进行前期的快速无损分析，方法检出下限低、精确度高，重复性好，可为叶类蔬菜及其制品中常见的无机元素的摄入量及有害重金属元素的安全监控提供数据参考，大大提高检测效率。方法无需化学前处理，对环境友好，是一种快速分析叶类蔬菜及其制品中常见的无机元素的有效方法。

关键词： EDX 能量色散型 X 射线荧光光谱仪 叶类蔬菜及其制品 元素含量

技术特点：

- ❖ 快速无损分析，操作简单，无需化学前处理，对环境友好。
- ❖ EDX-ALTRACE 灵敏度高，检出下限低、精确度和重复性好，可部分替代前处理复杂的叶类蔬菜及其制品 ICP 或 AAS 湿化学分析法。

食品中常量元素一般占生物干重的 1% 以上，常量元素在生物体内扮演重要角色，包括构成生物体的主要化学成分、维持生物体的生理功能、参与代谢过程等。每日膳食需要量在 100 mg 以上，有钙、磷、硫、钾、钠、镁、氯七种元素。

食品中微量元素一般占生物干重的 0.01% 以下，却在生物体内扮演着特定角色，同样参与了许多生物体的生理过程。每日膳食需要量在 100 mg 以下，部分甚至以 μg 计，微量元素有铁、锌、硒、碘、氟、铜、锰、铬、镍、钒、锡、硅、钴十四种，其中铁、碘、铜、锌、锰、钴、硒、铬、氟为维持人体生命活动不可缺少的必需微量元素。微量元素的过量或不足都可能对健康产生不利影响，需要注意均衡摄入各类元素，以满足身体需求。

叶类蔬菜及其制品中有害重金属元素有：砷、镉、铬、铅、汞（本次测试为烘干样品，Hg 未做为测试项）、镍等。重金属超标可能对身体造成伤害，主要影响消化系统和神经系统。

因此对叶类蔬菜及其制品中常见的无机元素进行分析，可以有效达到均衡摄入各类元素，来满足身体需求。

使用岛津 EDX-ALTRACE 建立叶类蔬菜及其制品中常见的无机元素工作曲线，可进行前期的快速无损分析，为叶类蔬菜及其制品中常见的无机元素的摄入量及有害重金属元素的安全监控提供数据参考，大大提高检测效率。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津 EDX-ALTRACE 能量色散型 X 射线荧光光谱仪。

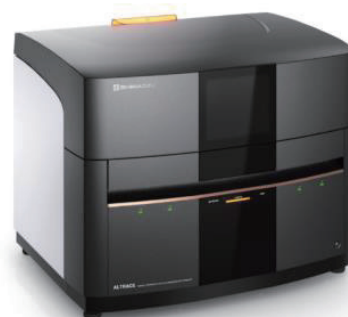


图 1 EDX-ALTRACE

1.2 分析条件

氛 围 : 真空	D T (%) : 40
电 压 (kV) : 15, 30, 50, 65	滤 光 片 : 1#、2#、5#、6#
电 流 (uA) : 自动	分析时间 (s) : 100*4

■ 样品前处理

食品样品烘干后直接压片分析。

■ 结果与讨论

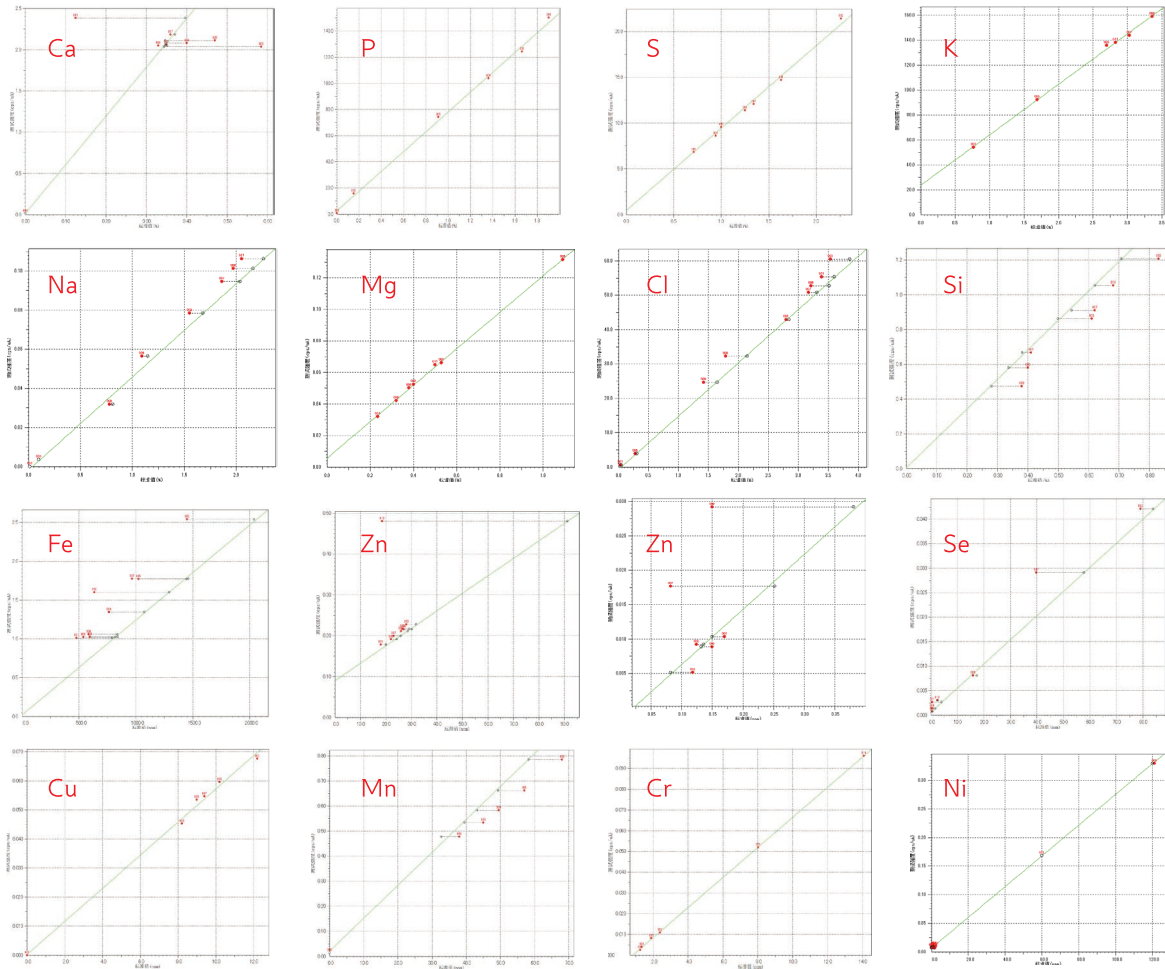
3.1 采用叶类蔬菜国家标物及部分配制样建立相关无机元素的工作曲线，标准物质浓度如下表。

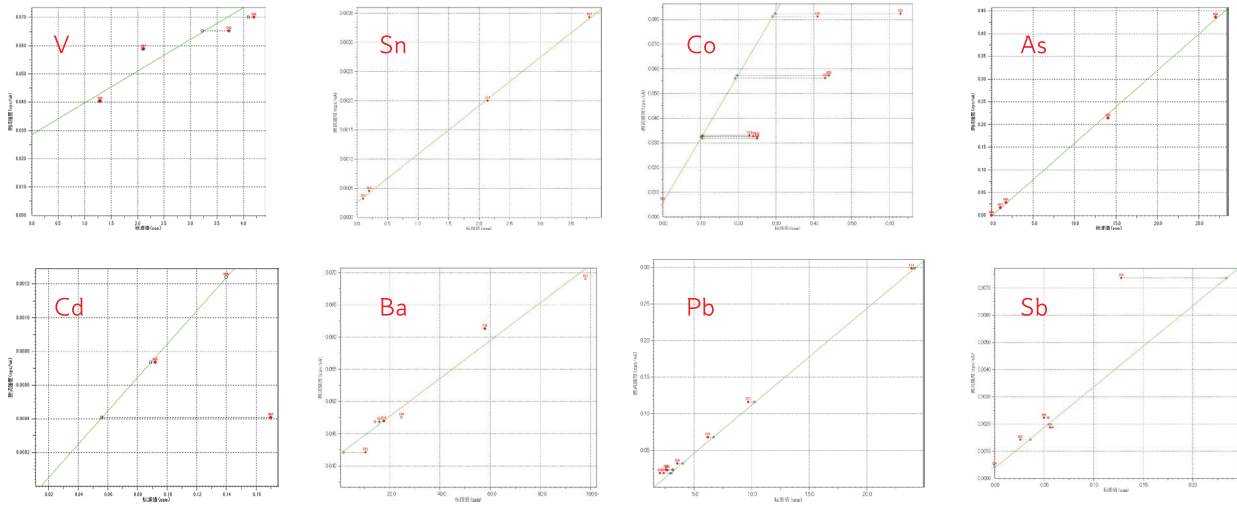
表 1 标准物质浓度 (mg/kg)

项目	Ca(%)	P(%)	S (%)	K (%)	Na(%)	Mg(%)
GBW10020(GSB-11)	4.20	0.13	0.41	0.77	0.013	0.23
GBW10023(GSB-14)	0.15	0.59	2.26	3.36	1.55	0.40
GBW10048(GSB-26)	1.66	0.35	1.00	2.70	2.17	0.53
P-1	2.18	0.36	1.34	2.07	0.78	0.32
P-2	2.93	0.24	0.71	1.74	1.09	0.38
P-3	1.90	0.33	0.94	2.52	1.97	0.50
P-4	1.36	0.40	1.25	2.83	2.05	0.50
项目	Cl(%)	Si(%)	Fe	Zn	Se	I
GBW10020(GSB-11)	0.03	0.41	480	18.00	0.17	0.53
GBW10023(GSB-14)	2.80	0.83	0.15	28.00	0.12	79.00
GBW10048(GSB-26)	3.54	0.01	7.50	13.00	0.04	0.09
P-1	1.42	0.62	240	23.00	0.15	39.77
P-2	1.79	0.21	244	15.5	0.11	0.31
P-3	3.21	0.05	51.63	13.47	0.05	0.13
P-4	3.39	0.17	6.06	15.95	0.06	15.59
项目	Cu	Mn	Cr	Ni	V	Sn
GBW10020(GSB-11)	6.60	30.50	1.25	1.10	1.16	3.80
GBW10023(GSB-14)	12.20	68.00	2.40	2.25	4.20	0.20
GBW10048(GSB-26)	1.70	10.60	0.14	0.16	0.03	0.01
P-1	9.40	49.00	1.83	1.68	2.68	2.00
P-2	4.15	21.00	0.70	0.63	0.60	1.91
P-3	2.16	12.50	0.24	0.25	0.14	0.36
P-4	3.76	21.87	0.58	0.57	0.85	0.05

项目	Co	As	Cd	Ba	Pb	Sb
GBW10020(GSB-11)	0.23	1.10	0.17	98.00	9.70	0.20
GBW10023(GSB-14)	0.63	27.00	0.57	10.40	2.05	0.03
GBW10048(GSB-26)	0.01	0.11	0.01	0.33	0.08	0.01
P-1	0.43	14.05	0.37	54.00	5.88	0.11
P-2	0.12	0.61	0.09	49.00	4.89	0.10
P-3	0.03	0.21	0.03	9.45	0.97	0.02
P-4	0.13	5.39	0.12	2.31	0.46	0.01

3.2 采用相关标物及部分配制样品建立叶类蔬菜及其制品中常见的无机元素的工作曲线。各元素工作曲线如下图:





说明：部分元素进行了基体校正及重叠元素校正。

图 2 元素校准曲线

3.3 元素检出限

连续 10 次分析纤维素空白样品，空白样品的 3 倍标准偏差即为检出。

表 2 元素的检出下限 (mg/kg)

项目	Ca	P	S	K	Na	Mg	Cl	Si
检出下限	30	30	30	30	720	300	30	30
项目	Fe	Zn	Se	I	Cu	Mn	V	Co
检出下限	2.8	0.5	0.03	7.8	0.5	1.0	0.1	0.02
项目	Cr	Sn	Ni	As	Cd	Ba	Pb	Sb
检出下限	0.5	1.5	0.7	0.2	0.1	5.5	0.3	0.2

3.4 复重性分析

选择参考样进行连续 10 次分析，进行工作曲线的重复性试验。

表 3 重复性 (mg/kg)

项目	Ca(%)	P(%)	S (%)	K (%)	Na(%)	Mg(%)	Cl(%)	Si(%)
平均值	0.21	0.59	2.41	3.43	1.50	0.42	2.77	0.87
R	0.01	0.02	0.08	0.08	0.14	0.06	0.07	0.03
SD	0.01	0.01	0.02	0.02	0.05	0.02	0.02	0.01
C.V.(%)	0.53	1.10	0.94	0.70	3.12	4.54	0.82	0.85
项目	Fe	Zn	Se	I	Cu	Mn	Cr	Ni
平均值	1481	28.95	0.11	66.82	12.18	69.70	2.58	1.73
R	26.13	1.02	0.03	15.52	0.77	2.46	0.81	0.40

SD	7.17	0.31	0.01	4.83	0.25	0.76	0.24	0.13
C.V(%)	0.48	1.07	7.37	7.23	2.02	1.09	9.39	7.53
项目	V	Sn	Co	As	Cd	Ba	Pb	Sb
平均值	2.50	N.D.	0.63	28.29	N.D.	34.59	2.31	N.D.
R	0.35	-	0.05	1.09	-	6.72	0.33	-
SD	0.11	-	0.02	0.33	-	2.03	0.10	-
C.V(%)	4.20	-	3.06	1.17	-	5.87	4.23	-

说明：N.D.：表示没有检测到。

3.5 实际样品对照分析

按照实际蔬菜样品（干基磨粉压片）进行对照分析。

表 4 实际样品对照分析 (mg/kg)

项目	Ca(%)	P(%)	S (%)	K (%)	Na(%)	Mg(%)	Cl(%)	Si(%)
蔬菜 A	0.95	0.48	1.58	2.95	1.84	0.52	3.19	0.61
参考值	0.91	0.47	1.63	3.03	1.86	0.47	3.17	0.52
r	0.04	0.01	0.05	0.08	0.02	0.05	0.02	0.09
蔬菜 B	1.78	0.48	0.15	1.64	0.08	1.07	0.23	0.68
参考值	1.72	0.50	0.14	1.66	0.12	1.05	0.20	0.66
r	0.06	0.02	0.01	0.02	0.04	0.02	0.03	0.02
项目	Fe	Zn	Se	I	Cu	Mn	Cr	Ni
蔬菜 A	1012	26.25	0.34	22.14	10.41	56.46	1.97	3.41
参考值	1014	27.0	0.32	22.72	10.20	57.00	1.88	3.33
r	2.00	0.75	0.02	0.58	0.21	0.54	0.09	0.08
蔬菜 B	621.90	83.77	N.D.	2.32	23.85	98.88	14.10	194.56
参考值	620.70	84.12	0.01	2.25	23.69	99.22	14.22	195.42
r	1.20	0.35	-	0.07	0.16	0.34	0.12	0.86
项目	V	Sn	Co	As	Cd	Ba	Pb	Sb
蔬菜 A	3.03	1.71	0.44	12.89	0.08	41.50	1.80	0.04
参考值	2.85	1.65	0.44	13.10	0.13	40.90	2.18	0.04
r	0.18	0.06	0.00	0.21	0.05	0.60	0.38	0.00
蔬菜 B	3.61	N.D.	0.12	21.29	0.13	17.83	23.96	N.D.
参考值	3.43	0.02	0.10	20.88	0.17	17.69	22.26	0.04
r	0.18	-	0.02	0.41	0.04	0.14	0.30	-

说明：1) N.D.：表示没有检测到；2) 参考值为湿化学分析；3) $r = | \text{测试值} - \text{参考值} |$ 。

■ 结论

岛津 EDX-ALTRACE 能量色散型 X 射线荧光光谱仪能够对叶类蔬菜及其制品中常见的无机元素含量进行快速无损分析, 操作简单, 方便快捷, 无须化学前处理, 对环境友好, 检出下限低, 精确度高, 重复性好, 因此岛津 EDX-ALTRACE 是对叶类蔬菜及其制品中常见的无机元素进行前期快速无损分析的一种行之有效方法。

岛津应用云

