

doi:10.3969/j.issn.2095-1035.2021.01.007

# 电感耦合等离子体发射光谱(ICP-OES)法 同时测定矿泉水界限指标中的 4 种元素

谢永红

(中国检验认证集团 山东检测有限公司, 山东 青岛 266000)

**摘要** 国家标准方法中,对矿泉水界限指标中的四种矿物质元素锌、锂、锶、偏硅酸(以  $H_2SiO_3$  计),需每种元素分别测定且步骤繁琐,采用电感耦合等离子体发射光谱(ICP-OES)法对矿泉水中这 4 种元素的含量进行同时测定,四种元素的检出限在 0.01~0.10 mg/L,对市售矿泉水进行了检测,加标回收率在 83%~100%,相对标准偏差为 0.31%~2.0%,方法简便省时,精密度和准确度较高,可以作为一种鉴别矿泉水品质的方法。

**关键词** ICP-OES; 矿泉水; 界限指标;

中图分类号:O657.31;TH744.11 文献标志码:A 文章编号:2095-1035(2021)01-0036-03

## Determination of Four Mineral Elements in Limit Indicators of Mineral Water by ICP-OES

XIE Yonghong

(China Certification & Inspection Group Shandong Test Co., Ltd., Qingdao, Shandong 266000, China)

**Abstract** Zn, Li, Sr and metasilic acid are the four mineral elements in limit indicators of mineral water, which are separately determined in national standard method by some fussy operations. In this paper, the four mineral elements were determined by ICP-OES. Detection limits for 4 elements are 0.01–0.10 mg/L, 4 kinds of mineral water sold on the market were determined, the standard recovery rates are 83%–100%, relative standard deviation are 0.31%–2.0%, the method is simple and time-saving, has high precision and accuracy, which can be used as a method of discrimination for the mineral water.

**Keywords** ICP-OES; mineral water; limit indicators

### 前言

矿泉水是在地层深部循环形成的含有一定量矿物质盐、微量元素的地下水<sup>[1]</sup>。天然饮用矿泉水国家标准“GB 8537—2018”对矿泉水的 7 项界限指标

作出了规定,要求市售矿泉水至少有一项指标符合规定,这 7 项界限指标包含锂  $\geq 0.20$  mg/L、锶  $\geq 0.20$  mg/L、锌  $\geq 0.20$  mg/L、偏硅酸(以  $H_2SiO_3$  计)  $\geq 25.0$  mg/L。这四种矿物元素对人的身体发育都有一定的保健作用。锂能够促进人体骨骼发育

收稿日期:2020-04-10 修回日期:2020-05-25

作者简介:谢永红,女,工程师,主要从事水质分析检测研究。E-mail:xieyonghong810619@163.com

本文引用格式:谢永红. 电感耦合等离子体发射光谱(ICP-OES)法同时测定矿泉水界限指标中的 4 种元素[J]. 中国无机分析化学, 2021, 11(1): 36-38.

XIE Yonghong. Determination of Four Mineral Elements in Limit Indicators of Mineral Water by ICP-OES[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2021, 11(1): 36-38.

和类骨质的形成,同时还对人体有生血刺激、改善造血功能的功效;锶是人体必须的微量元素,在人体内有强壮骨骼、防治心血管疾病的功效;锌与很多酶、核酸及蛋白质的合成密切相关,能够影响细胞分裂、生长和再生,对于婴儿、儿童和青少年锌有重要的营养价值;矿泉水中硅以偏硅酸( $H_2SiO_3$ )的形式存在,容易被人体吸收,硅能保护动脉结构的完整性,对主动脉有软化作用,同时有助于骨质的钙化,促进生长发育<sup>[2]</sup>。

在食品安全国家标准《饮用天然矿泉水检验方法》(GB 8538—2016)中,锂、锶、锌采用火焰原子吸收光谱法或石墨炉原子吸收光谱法逐一测定<sup>[3]</sup>,偏硅酸采用分光光度法测定<sup>[4]</sup>,需要多台仪器,多人测定,测定周期较长。本实验利用电感耦合等离子体发射光谱(ICP-OES)法<sup>[5]</sup>快速、准确地同时检测矿泉水中 4 种矿物元素,根据检测结果对矿泉水品质鉴别具有重要的指导意义。

## 1 实验部分

### 1.1 主要仪器

Agilent 5100 型电感耦合等离子体发射光谱仪 ICP-OES(美国安捷伦公司),XS205 型分析天平(瑞士梅特勒-托利多公司),Barnstead Pacific-TII 超纯水系统(美国赛默飞世尔公司)。

### 1.2 主要试剂

硝酸(优级纯,南京化学试剂有限公司),锂、锶、锌标准储备溶液(1 000 mg/L,国标(北京)检验认证有限公司),硅标准储备溶液(1 000 mg/L,钢研纳克检测技术有限公司)。

### 1.3 仪器条件

发射功率 1.2 kW,雾化器流量 0.70 L/min,等离子体流量 12.0 L/min,辅助气流量 1.00 L/min,读取次数 3 次,测量时间 15 s,观察方式轴向,观察高度 8 mm。

### 1.4 标准溶液配制

标准使用溶液:吸取单元素标准储备溶液,用 3%硝酸配制成锂、锶、锌混合标准使用溶液,浓度均为 10 mg/L;用 3%硝酸配制成偏硅酸标准使用溶液,浓度为 500 mg/L。

混合标准工作溶液:吸取混合标准使用溶液,用 3%硝酸配制成标准工作系列。其中,锂、锶、锌的标准工作曲线的浓度系列均为 0、0.05、0.10、0.20、0.50、0.70 mg/L;偏硅酸的标准工作曲线的浓度系列为 0、5.0、15.0、25.0、40.0、50.0 mg/L。

### 1.5 样品制备

购买市售的两种矿泉水,分别取 50 mL 水样于清洁试管中,加 1.5 mL 硝酸,摇匀,备测。

### 1.6 测定

开机,仪器需经氩气吹扫数分钟,各项指标都达到要求后进行等离子体点火,编辑测定方法,将标准系列、空白溶液、试样溶液分别引入仪器进行测定,根据标准曲线测得样品及添加实验中各元素的浓度。

## 2 结果与讨论

### 2.1 样品配制酸度的选择

实验针对的样品为矿泉水,水质清洁无污染,因此样品在仪器测定之前无需进行消解过程,只需用硝酸进行酸化处理,选用处理后硝酸浓度分别为 0.5%、3%、5%、8% 的空白添加水样进行测定,通过测定结果来选择合适的酸浓度配制样品。结果如表 1 所示,在 0.5% 的硝酸度下,四种元素的测定结果均偏低,可能由于酸浓度太低,响应不完全;在 3%、5%、8% 的酸浓度下,测定结果变化不大,表明三种酸浓度下均可满足实验要求,为了减少试剂用量和降低环境污染,实验选用 3% 的酸浓度配制样品。

表 1 不同硝酸浓度下的测定结果

Table 1 The results in different acidity

项目	添加量	硝酸浓度 ( $mg \cdot L^{-1}$ )			
		0.5%	3%	5%	8%
Li	0.20	0.14	0.20	0.20	0.20
Sr	0.20	0.15	0.19	0.19	0.18
Zn	0.20	0.15	0.20	0.20	0.20
$H_2SiO_3$	20.0	17.4	19.6	19.1	18.9

### 2.2 分析波长和检出限

等离子体发射光谱仪对每种元素均给出多条特征谱线,综合分析强度、干扰情况及稳定性,选择干扰少、精密度高的分析谱线。检出限的计算是重复测定空白溶液 11 次,计算出标准偏差(SD),根据 IUPAC 规定,检出限  $LOD = 3SD$ ,各元素分析波长和检出限见表 2。

表 2 各元素分析波长及检出限

Table 2 The analytical wavelength and the detection limits of the elements

项目	分析波长/nm	检出限/( $mg \cdot L^{-1}$ )
Li	670.783	0.01
Sr	407.771	0.01
Zn	213.857	0.01
$H_2SiO_3$	251.611	0.10

### 2.3 标准曲线

考虑天然矿泉水样品中4种元素的含量情况,选取适当的线性范围为标准曲线工作范围,4种元素线性相关系数 $R$ 和拟合方程见表3。由表3可见,4种元素标准曲线均具有很好的线性相关性( $R \geq 0.999$ )。

表3 元素标准曲线方程及相关系数

Table 3 The calibration curves and correlation coefficient of the elements

项目	标准曲线方程	相关系数 $R$
Li	$3\ 145\ 641.044X+5\ 325.554$	0.999 41
Sr	$4\ 323\ 519.110X+1\ 006.167$	0.999 78
Zn	$18\ 949.528X+85.159$	0.999 99
H <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub>	$507.969X+465.376$	0.999 85

### 2.4 样品测定

在上述实验条件下,对两份市售天然饮用矿泉水水样进行测定,结果见表4。由表4可知,1<sup>#</sup>矿泉水中锶和偏硅酸达到了界限指标的要求,表明该水属于锶-偏硅酸型饮用天然矿泉水,可能取自深层

花岗岩裂隙间。2<sup>#</sup>矿泉水样的4种元素检测值都低于界限指标,表明2<sup>#</sup>矿泉水样既不属于硅-锶型矿泉水,也不属于锂-锌型矿泉水。

表4 样品中元素检测结果

Table 4 The results of the elements in samples

项目	矿泉水样浓度/(mg·L <sup>-1</sup> )		标准界限指标/(mg·L <sup>-1</sup> )
	1 <sup>#</sup>	2 <sup>#</sup>	
Li	0.02	0.03	$\geq 0.20$
Sr	0.43	0.02	$\geq 0.20$
Zn	0.02	0.06	$\geq 0.20$
H <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub>	34.69	1.95	$\geq 25.0$

### 2.5 加标回收和精密度实验

在1<sup>#</sup>矿泉水水样中加入4种元素的标准溶液,测定样品的加标回收率;加标溶液重复测定6次,计算各元素测定结果的相对标准偏差(RSD),结果见表5。由表5可见,4种元素的加标回收率在83.0%~100%,表明测定的准确度较高;4种元素的相对标准偏差均低于5%,具有较高的精密度。

表5 样品的加标回收率和精密度

Table 5 The sample recovery and precision

项目	样品测定值/(mg·L <sup>-1</sup> )		添加量/(mg·L <sup>-1</sup> )		回收测定值/(mg·L <sup>-1</sup> )				平均回收率/%	RSD/%
	0.02	0.20	0.22	0.22	0.21	0.22	0.22	0.22		
Li	0.02	0.20	0.22	0.22	0.21	0.22	0.22	0.22	100	1.9
Sr	0.43	0.20	0.62	0.61	0.61	0.61	0.61	0.62	90.0	0.84
Zn	0.02	0.20	0.21	0.21	0.21	0.21	0.21	0.20	95.0	2.0
H <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub>	34.69	20.0	51.12	51.20	51.18	51.33	51.52	51.43	83.0	0.31

## 3 结论

锂、锶、锌和偏硅酸4种矿物质元素是矿泉水水质重要的评价指标,国家标准“GB 8537—2018”对矿泉水中这4种元素都有限量要求,本实验利用电感耦合等离子体发射光谱法同时测定矿泉水中4种元素,避免了采用原子吸收光谱法、紫外可见分光光度法等多种仪器对每一种元素单独测定,节约了大量的实验时间,而且前处理只需要酸化处理,过程简单,同时样品的回收率结果表明在仪器测定过程中4种元素的谱线没有相互干扰,实验可行有效,可作为饮用天然矿泉水品质鉴定和评估的方法依据。

### 参考文献

- [1] 栾燕,张玉黔,张长立,等. ICP-AES法测定矿泉水中偏硅酸、锶的含量[J]. 中国卫生检验杂志,2002,12(6):710. LUAN Yan, ZHANG Yuqian, ZHANG Changli, et al. Determination of matasilic acid and strontium in mineral water by ICP-OES [J]. Chinese Journal of Health Laboratory Technology, 2002, 12(6): 710.
- [2] 李相镐,鞠翠香,罗红. 饮用天然矿泉水中微量元素对人

- 体的保健作用[J]. 微量元素与健康研究,1997,14(1):42. LI Xianghao, JU Cuixiang, LUO Hong. Health effects of micronutrient in drinking natural mineral water[J]. Studies of Trace Elements and Health, 1997, 14(1): 42.
- [3] 周珊. 石墨炉原子吸收光谱法测定生活饮用水中砷的方法优化[J]. 中国无机分析化学,2019,9(3):13-16. ZHOU Shan. Optimized method for the determination of arsenic in drinking water by graphite furnace atomic absorption spectrometry[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2019, 9(3): 13-16.
- [4] 中华人民共和国国家卫生和计划委员会,国家食品药品监督管理局. 饮用天然矿泉水检验方法: GB 8538—2016[S]. 北京:中国标准出版社,2018. National Health and Planning Commission of the People's Republic of China, China Food and Drug Administration. Method for examination of drinking natural mineral water: GB 8538—2016 [S]. Beijing: Standards Press of China, 2018.
- [5] 罗海霞. ICP-OES测定俄罗斯某地金精矿中砷的含量[J]. 中国无机分析化学,2019,9(1):8-10. LUO Haixia. Determination of arsenic in gold concentrate of Russia by ICP-OES[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2019, 9(1): 8-10.