

# 使用 Agilent 5100 同步垂直双向观测 ICP-OES 进行植物营养元素分析

## 应用简报 食品检测与农业

### 作者

Juan A. V. A. Barros<sup>1</sup>、Raquel C. Machado<sup>1</sup>、  
Clarice D. B. Amaral<sup>1</sup>

Daniela Schiavo<sup>2</sup>、Ana Rita A. Nogueira<sup>3</sup> 和  
Joaquim A. Nóbrega<sup>1</sup>

1. 圣卡洛斯联邦大学化学系应用仪器分析组，São Carlos, SP, Brazil

2. 安捷伦科技公司，São Paulo, SP, Brazil

3. Embrapa Southeast Livestock, São Carlos, SP, Brazil



### 前言

植物中元素组成的测定对于植物组织的发育、生长和维持十分重要。Al、B、Ba、Ca、Cu、Fe、K、Mg、Mn、S、Sr、P 和 Zn 等元素在植物营养中必不可少，是组织发育、维持和植物代谢所需的重要营养元素 [1]。植物样品中常量营养元素、微量营养元素和污染物的测定对追踪营养物质和矿物质的来源不可或缺。对植物物质的化学分析有助于修复受污染的土壤或解决矿物营养不良这一严重影响人类的问题 [2, 3]。对于这类分析而言，电感耦合等离子体发射光谱仪 (ICP-OES) 是一种极具前景的技术，因为其适用于涵盖植物中常量营养元素和微量营养元素的广泛浓度范围。

农艺学实验室通常需要处理大量样品。这种样品的几种关键元素必须在常见情况下在较大浓度范围内测定。采用二向色谱组合器 (DSC) 技术的 Agilent 5100 同步垂直双向观测 (SVDV) ICP-OES 能够满足上述需求，在一次读数中进行水平和垂直测量，从而缩短样品分析时间。5100 SVDV 运行速度更快，减少了分析每个样品所需的氦气，从而大大节省了高通量分析实验室的成本。5100 ICP-OES 采用的 Vista Chip II 检测器的处理速度比 ICP-OES 采用的任何电荷耦合器件 (CCD) 的速度都要快（高达 1 MHz）。这款检测器提供快速预热功能、高通量、高灵敏度和极宽的动态范围。

本应用简报介绍了使用 Agilent 5100 同步垂直双向观测 (SVDV) ICP-OES，对微波消解苜蓿、玉米和甘蔗样品中的 Al、B、Ba、Ca、Cu、Fe、K、Mg、Mn、P、S、Sr 和 Zn 以及一种苹果叶有证标准物质 (SRM NIST 1515) 进行的定量分析。

## 实验部分

### 仪器

所有测量均在 Agilent 5100 SVDV ICP-OES 上进行，这款仪器采用二色性光谱组合器 (DSC) 技术（安捷伦科技公司），可同时实现水平和垂直观测分析。样品引入系统由 SeaSpray 雾化器、单通道旋流雾化室和 DV 1.8 mm 内径中心管炬管组成。仪器运行条件列于表 1 中。

表 1. Agilent 5100 SVDV ICP-OES 方法和仪器运行参数

参数	设置
读取时间 (s)	20
重复次数	3
样品提升延迟 (s)	15
稳定时间 (s)	15
泵速 (rpm)	12
样品管	白色/白色
废液管	蓝色/蓝色
背景校正	拟合
RF 功率 (kW)	1.5
辅助气流量 (L/min)	1.0
等离子体流速 (L/min)	12.0
雾化气流速 (L/min)	0.60
雾化器	SeaSpray®
观测高度 (mm)	8
雾化室	单通道旋流

### 标准品和样品前处理

所有玻璃器皿在 10% v/v HNO<sub>3</sub> 中浸泡至少 24 小时，然后用蒸馏-去离子水（电阻率 > 18.2 MΩ cm）清洗，以达到净化的目的。去离子水来自 Milli-Q® 水系统 (Millipore, Bedford, MA, USA)。所有溶液和空白采用超纯水和硝酸配制，其中硝酸由亚沸蒸馏装置 (Milestone) 制得。由 1000 ppm Al、B、Ba、Ca、Cu、Fe、K、Mg、Mn、P、S、Sr 和 Zn 的单元素储备溶液分别配制成浓度为 0、1、5、10、20、40、60 和 100 ppm 的工作标准溶液 (Qhemis, São Paulo, SP, Brazil)。

Embrapa Southeast Livestock (São Carlos, SP, Brazil) 提供玉米根、玉米和苜蓿叶样品。两个苜蓿样品在先前施用农业石膏肥料的土壤中生长。甘蔗叶由巴西甘蔗技术中心 (Piracicaba, SP, Brazil) 提供。有证标准物质 (CRM) (SRM 1515, 苹果叶) 购自美国国家标准技术研究院 (NIST, Gaithersburg, MD, USA)。将所有样品平行微波消解三次。用 8 mL HNO<sub>3</sub> 50% (v/v) 对 200 mg 左右的样品进行消解。消解后，加入蒸馏-去离子水和 2 mL H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30% (v/v)，使最终体积达到 50 mL。

## 结果与讨论

### 方法检测限和 CRM 回收率

考虑消解空白 10 次连续测量的背景等效浓度 (BEC) 和相对标准偏差 (RSD)，通过计算方法检测限 (MDL) 评估 SVDV 模式的性能 (表 2)。

值得注意的是，重要的主要营养元素 (P 和 K)、次级营养元素 (Ca、Mg 和 S) 以及微量营养元素 (B、Cu、Fe、Mn 和 Zn) 均获得了较低的 MDL 值。

表 2. 使用 5100 ICP-OES 在 SVDV 模式下得到的 Al、B、Ba、Ca、Cu、Fe、K、Mg、Mn、P、S、Sr 和 Zn 的方法检测限 (MDL) 以及背景等效浓度 (BEC)

元素与波长 (nm)	MDL ( $\mu\text{g/g}$ )	BEC ( $\mu\text{g/L}$ )
Al I (396.152)	0.07	0.18
B I (249.772)	0.64	36.2
Ba II (455.673)	0.62	0.85
Ca I (422.673)	0.09	0.41
Cu I (324.754)	1.75	11.8
Fe II (238.204)	5.85	11.0
K I (766.491)	0.03	0.51
Mg I (285.213)	0.01	0.01
Mn II (257.610)	2.98	1.30
P I (178.222)	0.03	0.05
S II (181.972)	2.32	0.006
Sr I (460.733)	1.18	3.57
Zn I (213.857)	1.40	4.26

为了验证所开发方法的准确性，对苹果叶有证标准物质 (SRM NIST 1515) 中的 Al、B、Ba、Ca、Cu、Fe、K、Mg、Mn、P、S、Sr 和 Zn 的浓度进行了测定 (表 3)。SVDV 模式的回收率为 94.2%-108.6%，处于目标值的  $\pm 10\%$  之内。良好的回收率证明了 5100 SVDV ICP-OES 能够准确测定植物叶片中的常量营养元素、微量营养元素和污染物。

SVDV 模式可同时收集水平和垂直观测的数据。同时收集所用的时间与其在单一一种观测模式下的测量时间相同。选择 SVDV 观测模式测定上文提到的植物样品消解物中的分析物 (见表 4)，这一模式下可获得较低的标准偏差值。

表 3. 使用 5100 ICP-OES 在 SVDV 模式下对苹果叶有证标准物质 (SRM NIST 1515) 中 Al、B、Ba、Ca、Cu、Fe、K、Mg、Mn、P、S、Sr 和 Zn 的测定结果 (平均值  $\pm$  标准偏差  $\times n^{0.5}$ ,  $n = 3$ ) 以及分析物回收率

分析物	标准值 ( $\mu\text{g/g}$ )	测定值 ( $\mu\text{g/g}$ )	回收率 (%)
Al	286.00 $\pm$ 9.00	277.0 $\pm$ 0.01	96.9 $\pm$ 0.3
B	27.00 $\pm$ 2.00	27.8 $\pm$ 0.16	102.9 $\pm$ 0.59
Ba	49.00 $\pm$ 2.00	46.1 $\pm$ 0.5	94.2 $\pm$ 0.6
Ca	15260 $\pm$ 0.015	16290 $\pm$ 0.015	106.8 $\pm$ 0.13
Cu	5.64 $\pm$ 0.24	5.80 $\pm$ 0.058	102.9 $\pm$ 1.02
Fe	83.00 $\pm$ 5.00	83.4 $\pm$ 2.32	100.4 $\pm$ 2.80
K	16100 $\pm$ 0.02	15323 $\pm$ 0.09	95.2 $\pm$ 0.3
Mg	2710 $\pm$ 0.008	2591 $\pm$ 0.02	95.6 $\pm$ 0.5
Mn	54.00 $\pm$ 3.00	52.9 $\pm$ 1.21	98 $\pm$ 2.24
P	1.59 $\pm$ 0.011	1.62 $\pm$ 0.02	101.9 $\pm$ 0.06
S	1800**	1703 $\pm$ 0.01	94.6 $\pm$ 0.4
Sr	25.00 $\pm$ 2.00	27.2 $\pm$ 0.2	108.8 $\pm$ 0.96
Zn	12.50 $\pm$ 0.30	12.52 $\pm$ 0.36	100.2 $\pm$ 2.86

\*\* 非标准浓度

### 校准线性

图 1 显示了 Al、B、P 和 S 的校准曲线，校准系数高于 0.999，各校准点的校准误差小于 10%。

表 4. 使用 ICP-OES 在 SVDV 模式下对植物样品中 Al、B、Ba、Ca、Cu、Fe、K、Mg、Mn、P、S、Sr 和 Zn 的测定结果 (平均值±标准偏差, n = 3)

样品	实测浓度 (µg/g)						
	Al	B	Ba	Ca	Cu	Fe	K
甘蔗叶	230.0±41.9	4.54±0.10	31.7±0.10	5009±103	5.27±0.1	163.2±8.76	11821±8.60
玉米叶	10.2±0.10	33.1±0.20	0.17±0.004	3313±188	2.91±0.1	49.93±1.22	25828±652.2
玉米根	10.1±0.60	14.05±0.50	0.25±0.01	4525±108	2.70±0.1	527.3±55.5	30708±348.5
苜蓿叶 (1)	292.0±30.2	27.52±0.31	58.9±0.70	13252±41.21	7.28±0.14	190.5±20.0	25948±192.7
苜蓿叶 (2)	1154±3.39	33.61±0.31	31.9±0.20	10926±151.5	7.07±0.02	516.2±3.18	28466±223.4
样品	实测浓度 (µg/g)						
	Mg	Mn	P	S	Sr	Zn	
甘蔗叶	2844±6.57	69.76±3.80	1482±28.7	1617±3.46	31.87±0.43	19.04±0.26	
玉米叶	1313±46.7	30.75±0.90	4056±95.1	1228±57.2	4.43±0.04	12.37±0.45	
玉米根	2023±28.0	17.06±1.33	3984±76.5	2150±56.0	0.81±0.06	17.12±1.76	
苜蓿叶 (1)	1661±4.27	20.28±0.33	3941±81.1	4188±43.4	248.3±2.30	21.80±0.14	
苜蓿叶 (2)	2368±30.8	34.45±0.23	3290±16.0	3544±39.6	67.39±0.92	17.99±0.19	

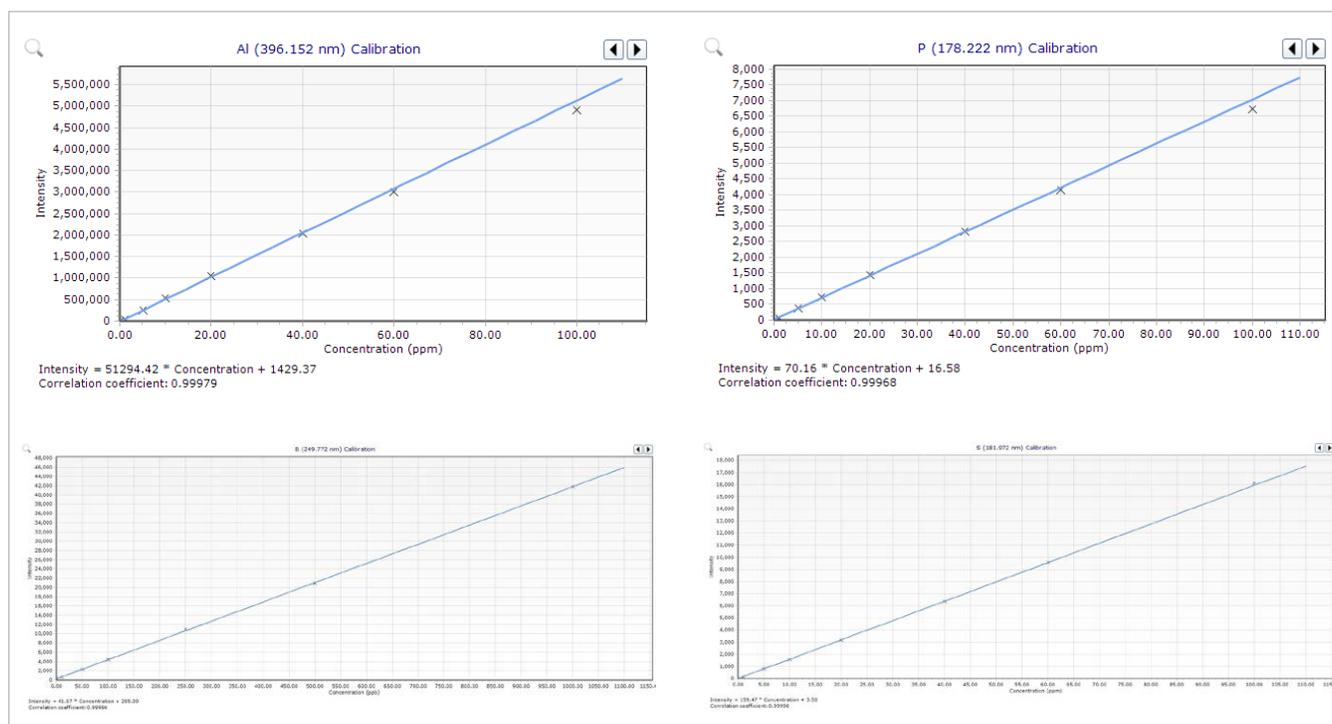


图 1. 使用 5100 SVDV ICP-OES 对 Al、B、P 和 S 进行的校准

## 结论

本应用简报展示了 Agilent 5100 同步垂直双向观测 (SVDV) ICP-OES 在植物营养元素分析中的性能和适用性。凭借其独特的配置和 Vista Chip II 检测器，可以在一次测量中对较宽浓度范围内的所有波长进行读取。5100 SVDV ICP-OES 具有出色的线性，并对常量营养元素 P、K、Ca、Mg 和 S 以及微量营养元素 B、Cu、Fe、Mn 和 Zn 获得了优异的方法检测限。有证标准物质得到的回收率处于目标值的  $\pm 10\%$  之内，表明所开发方法在 SVDV 模式下的准确性。使用 SVDV 模式成功实现了样品消解物中分析物的测定，并获得了低标准偏差值。

Agilent 5100 SVDV ICP-OES 具有适当的性能和灵活性，可满足农艺学实验室的高通量需求。由于同时对水平和垂直观测进行数据采集，因此 SVDV 模式下的测量时间更短，每个样品的氩气用量更少。

## 致谢

作者感谢巴西国家科技发展委员会 (Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico, CNPq)、巴西高等人才培养基金委员会 (Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior, CAPES – 15/2104) 和圣保罗研究基金会 (FAPESP - 2013 / 26672-5) 给予奖学金和资金支持。我们也感谢安捷伦科技公司的支持。

## 参考文献

- [1] R. D. Munson, Principles of plant analysis, in: Yash P. Karla (Editor), Reference methods for plant analysis, CRC Press-Taylor & Francis Group, Florida, 1998, pp. 1-24
- [2] F.C. Bressy, G.B. Brito, I.S. Barbosa, L.S.G. Teixeira, M.G.A. Korn, Determination of trace element concentrations in tomato samples at different stages of maturation by ICP OES and ICP-MS following microwave-assisted digestion, *Microchemical Journal*, 2013, 109, 145-149
- [3] A. A. Momen, G. A. Zachariadis, A. N. Anthemidis, J. A. Stratis, Use of fractional factorial design for optimization of digestion procedures followed by multi-element determination of essential and non-essential elements in nuts using ICPOES technique, *Talanta*, 2007, 71, 443-451

查找当地的安捷伦客户中心：  
[www.agilent.com/chem/contactus-cn](http://www.agilent.com/chem/contactus-cn)

免费专线：  
**800-820-3278, 400-820-3278 (手机用户)**

联系我们：  
**LSCA-China\_800@agilent.com**

在线询价：  
[www.agilent.com/chem/erfq-cn](http://www.agilent.com/chem/erfq-cn)

**[www.agilent.com](http://www.agilent.com)**

安捷伦对本资料可能存在的错误或由于提供、展示或使用本资料所造成的间接损失不承担任何责任。

本资料中的信息、说明和指标如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技（中国）公司，2015  
2015年11月25日，中国出版  
出版号：5991-6470CHCN