

微波消解 ICP-AES 测定青稞中 17 种微量元素

迟晓峰^{a,b} 董琦^a 胡凤祖^{①a}

^a(中国科学院西北高原生物研究所 西宁市西关大街 59 号 810008)

^b(中国科学院研究生院 北京市 100049)

摘要 采用微波消解法对样品进行处理,以电感耦合等离子体-原子发射光谱法(ICP-AES)测定青稞中 17 种微量元素的含量。方法的回收率在 96.2%—105.0%之间,相对标准偏差小于 2.27%。实验证明,青稞含有丰富的对人体有益的微量元素,是一种健康食品。

关键词 微波消解;电感耦合等离子体-原子发射光谱法;青稞;微量元素

中图分类号:O657.31 **文献标识码**:B **文章编号**:1004-8138(2010)06-2177-04

1 引言

青稞(*Hordeum vulgare* L. var. nudum Hook. f)是禾本科大麦属的一种谷类作物,别名叫裸大麦、元麦、米大麦,主要分布在我国的西藏、青海、四川的甘孜州和阿坝州、云南的迪庆、甘肃的甘南等地^[1]。青稞是高寒地区的主要粮食作物,是广大藏族同胞不可替代的主要食粮和酿酒原料。青稞的营养是比较丰富的,从有关资料对比来看,藏族人民的主食糌粑,营养价值不低于其他谷类的营养,有的营养素还高于其他谷类食物。在藏医中还将青稞入药,《晶珠本草》中记载青稞可清热化湿、祛风寒、宁肺定喘、可治阳虚肾亏等症^[2]。

微量元素对人体的生理功能具有特殊作用^[3],其含量关系到人们的健康。微量元素的特点是数量少、功能作用大,对许多生物活性分子往往起着关键的调控作用^[4]。但以往的研究通常都偏重于青稞有机成分的研究^[5],从某些微量元素在体内的重要作用来看,对青稞中的微量元素的研究的确是不容忽视^[6-8]。本文采用微波消解法对青稞进行消解,用 ICP-AES 对试样中 17 种微量元素进行测定,效果良好。

2 实验部分

2.1 实验仪器

DRE 电感耦合等离子体原子发射光谱仪(美国 Leeman 公司);MP6C-6H 微波样品处理系统(北京盈安美诚科学仪器有限公司);AG135 电子天平(瑞士 Mettler Toledo 公司);MOLELEMENT 元素型超纯水机(上海摩勒生物科技有限公司)。

2.2 试剂与标准溶液

硝酸、硫酸、盐酸(优级纯,甘肃白银西区银环化学试剂厂);过氧化氢(优级纯,北京化学试剂公

① 联系人,电话:(0971)6132750;E-mail:hufz@nwpb.ac.cn

作者简介:迟晓峰(1985—),男,山东省日照市人,在读硕士,主要从事天然产物化学分析检测工作。

收稿日期:2009-12-28;接受日期:2010-01-30

司);Cu,Zn,Fe,Mn,Ca,Ba,K,Mg,Na,Ni,V,Co,Mo,Sr,Cd,P 和 S 的 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 标准溶液(北京国家标准物质研究中心)。实验用水为去离子水。

2.3 样品处理

取青稞适量,用研钵研碎,准确称取样品粉末 1.000g 放入聚四氟乙烯消解罐底部,加入 5mL 浓 HNO_3 浸泡过夜,再加入 3mL H_2O_2 ,在微波消解系统中消解 5min,待消解完全后,转移到 50mL 容量瓶中用 5%的稀 HNO_3 溶液定容至刻度。平行制备 2 份空白,待测。

2.4 样品测定

在仪器最佳工作条件下,制作各元素的校准曲线,对各个样品进行测定。每个试样重复测定 7 次。

3 结果与讨论

3.1 ICP-AES 工作参数的优化

对仪器的工作参数进行优化,得到最佳的仪器工作条件,结果见表 1。其中等离子体气、辅助气、雾化气均采用 Ar 气。

表 1 ICP-AES 工作参数

名称	射率发射功率 (W)	等离子气流量 (L/min)	辅助气流量 (L/min)	雾化气流量 (L/min)	观测高度 (mm)
工作参数	1300	0.80	14.0	0.50	15.0

3.2 各元素分析线选择与背景校正

选择各元素的分析谱线一般要遵循 2 个原则:一是选择的分析谱线不能受到其他谱线干扰;二是选择的分析谱线应有较大的信噪比。ICP-AES 对每个元素的测定都可以同时选择多条特征谱线,光谱仪具有同步背景校正功能,实验中对每个元素选择 2—3 条谱线进行测定,综合分析强度、干扰情况及稳定性,选择干扰少,精密度好的分析线,结果见表 2。

表 2 各元素分析线及检出限

元素	Cu	Zn	Fe	Mn	Ca	Ba	K	Mg	Na
分析谱线(nm)	324.7	213.8	259.9	257.6	317.9	455.4	766.4	279.5	589.5
检出限(mg/L)	0.003	0.002	0.0004	0.004	0.002	0.001	0.002	0.0002	0.001
元素	Ni	V	Co	Mo	Sr	Cd	P	S	
分析谱线(nm)	221.6	309.3	228.6	202.0	407.7	226.5	213.618	180.7	
检出限(mg/L)	0.002	0.0004	0.0003	0.001	0.0005	0.0002	0.001	0.002	

3.3 干扰的排除

ICP-AES 化学干扰很少,但是试剂的物理干扰不可避免。对于物理干扰的排除采用基体匹配法配制空白和标准溶液。在分析过程中依次对空白、标准溶液、样品进行测定,仪器软件自动把试剂空白信号扣除,可消除试剂对测定元素的影响。

3.4 校准曲线的绘制

将各元素的标准溶液系列(浓度为 0,1,5,10,50 $\mu\text{g}/\text{mL}$)导入仪器进行测定,制作各元素的校准曲线,相应的线性相关系数为 0.9998 以上,根据校准曲线对各个样品进行分析测定。

3.5 样品测定、精密度与回收率实验

平行测定 7 份样品,考察方法的精密度,在样品中加入标样,按照实验方法进行标准加样回收实验,结果见表 3。

表 3 精密度及标准加样实验

元素	原含量 ($\mu\text{g/mL}$)	加标量 ($\mu\text{g/mL}$)	加标测定值 ($\mu\text{g/mL}$)	回收率 (%)	RSD ($n=7, \%$)	样品微量元素含量 (mg/kg)
Cu	0.085	0.1	0.184	99.0	1.91	4.2553
Zn	0.64	0.6	1.252	102.0	1.03	32.141
Fe	2.72	2.7	5.366	98.0	1.36	135.81
Mn	0.32	0.3	0.623	101.0	1.21	15.805
Ca	14.94	15.0	29.37	96.2	0.99	746.94
Ba	0.085	0.1	0.183	98.0	1.70	4.2326
K	128.56	130.0	255.3	97.5	1.01	6428.2
Mg	51.15	50.0	100.5	98.7	1.38	2557.7
Na	1.36	1.4	2.82	104.3	0.81	67.904
Ni	0.015	0.02	0.0347	98.5	1.87	0.7469
V	0.0032	0.003	0.0061	96.7	2.15	0.1584
Co	—	—	—	—	—	<0.1000
Mo	0.032	0.03	0.0635	105.0	2.27	1.6000
Sr	0.048	0.05	0.0979	99.8	1.20	2.4219
Cd	—	—	—	—	—	<0.1000
P	67.90	68.0	138.55	103.9	0.99	3395.2
S	16.43	16.0	32.13	98.1	1.67	821.64

4 结论

采用微波消解法消解青稞样品,以 ICP-AES 测定了样品中的 Cu, Zn, Fe, Mn, Ca, Ba, K, Mg, Na, Ni, V, Co, Mo, Sr, Cd, P 和 S 17 种微量元素的含量。结果发现,青稞中 K, Mg, P, S, Ca 含量丰富; Fe, Na, Zn, Mn, Cu, Ba, Sr, Mo 含量次之; Ni, V, Co, Cd 含量较少。Ca, Mg, K 元素在体内可拮抗钠,使血管舒张,在保护人体心血管,预防心脏病等方面具有积极作用; Fe 具有良好的补血功能; Zn 对增加人体的免疫功能必不可少; Mn 可减少血管内血栓的形成,降低动脉硬化的危险。实验证明,采用微波消解样品,结合 ICP-AES 测定青稞中的微量元素的方法具有速度快、消解完全、空白值低且测定快速、简单、灵敏度高、准确性好,多元素同时测定,而且节省试剂、节省费用、无损失、环境污染小以及工作人员劳动强度小等优点。该方法适合青稞中微量元素的分析。

参考文献

- [1] 中国科学院中国植物志编委会. 中国植物志(第九卷)[M]. 北京: 科学出版社, 1977. 34.
- [2] 中国科学院西北高原生物研究所. 藏药志[M]. 西宁: 青海人民出版社, 1991. 171.
- [3] 王三根. 微量元素与健康[M]. 上海: 上海科学普及出版社, 2004.
- [4] 张玉芝. 微量元素与人体健康[J]. 微量元素与健康研究, 2004, 21(3): 56.
- [5] 臧靖巍, 阙建全, 陈宗道等. 青稞的成分研究及其应用现状[J]. 中国食品添加剂, 2004, 21(4): 43.
- [6] 王莹, 辛士刚. ICP-AES 法测定豆类食品中的微量元素[J]. 光谱学与光谱分析, 2004, 24(2): 226.
- [7] 孙勇, 张金平, 杨刚等. 微波消解 ICP-AES 法测定玉米芯中的微量元素的含量[J]. 光谱学与光谱分析, 2007, 27(7): 1424.
- [8] 王小平, 项苏留. 微波消解 ICP-AES, AAS 和 AFS 测定大蒜不同部位 20 种元素含量[J]. 光谱学与光谱分析, 2006, 26(10): 1424.

Determination of Seventeen Trace Elements in *Hordeum Vulgare* L. var. nudum Hook. f by ICP-AES with Microwave Digestion

CHI Xiao-Feng^{a,b} DONG Qi^a HU Feng-Zu^a

^a(Northwest Institute of Plateau Biology of Chinese Academy of Sciences, Xining 810008, P. R. China)

^b(Graduate School of Chinese Academy of Sciences, Beijing 100049, P. R. China)

Abstract The contents of 17 trace elements in *Hordeum vulgare* L. var. nudum Hook. f were digested with microwave and determined by ICP-AES. The recovery was in the range of 96.2%—105.0%, and the relative standard deviation was less than 2.27%. The experiment proved that the *Hordeum vulgare* L. var. nudum Hook. f was a kind of healthy food, which contained rich useful trace elements for human body.

Key words Microwave Digestion; ICP-AES; *Hordeum Vulgare* L. var. nudum Hook. f; Trace Elements

1980多种核心
期刊从12400
多种中文期刊
中脱颖而出

北京高校图书馆期刊工作研究会最新评选结果汇编
北京大学图书馆馆长朱强等主编
北京大学出版社出版

各学科5500多
位专家参加了
审查工作,评议
指标高达80种

《中文核心期刊要目总览》(2008)

化学/晶体学类核心期刊一览表

序号	刊名	序号	刊名	序号	刊名
1	高等学校化学学报	10	分析测试学报	19	化学试剂
2	分析化学	11	化学通报	20	功能高分子学报
3	化学学报	12	分子科学学报	21	光谱实验室
4	催化学报	13	分析科学学报	22	合成化学
5	无机化学学报	14	中国科学(B辑),化学	23	人工晶体学报
6	物理化学学报	15	化学进展	24	影像科学与光化学
7	有机化学	16	理化检验(化学分册)	25	计算机与应用化学
8	分析实验室	17	分子催化	26	核化学与放射化学
9	色谱	18	化学研究与应用		

招聘启事

本刊招聘“沉潜专注 甘于寂寞”的编辑 2 名

因工作需要,本刊招聘编辑 2 名,条件如下:

1. 大学化学或物理学本科(包括同等学力,博士,硕士)毕业,成绩良好;
2. 身体健康,不吸烟,对人诚实、守信、和善;
3. 工作认真负责,任劳任怨,勤奋节俭,热爱科学,沉潜专注,甘于寂寞;
4. 不限户口,性别,年龄,民族,党派,信仰等。

提供在北京市住宿,工资从优(面议),上 4 险。有意者,请将本人简历以及希望的工资报酬等要求发至《光谱实验室》编辑部电子邮箱: gpsys@periodicals.net.cn。

《光谱实验室》编辑部