

微波消解 ICP-AES 法测定苦瓜中常量及微量元素\*

霍建中 陈 宏 王振英

(天津师范大学化学与生命科学学院 天津,300074)

摘 要 采用美国利曼公司生产的 PS- I 型中阶梯光栅光谱仪测定苦瓜中的常量及微量元素,为苦瓜的科学利用提供了理论依据。该方法简便、快速、可靠,适用于植物中多种元素的测定。其相对标准偏差为 0.86%~6.3%,回收率为 92%~105%。

关键词 微波消解,ICP-AES,苦瓜,元素

苦瓜属于葫芦科苦瓜属的 1 年生蔓性植物,是一种特殊的果菜。原产于印度东部,约在明代初传入我国南方。

本文采用微波消解法对苦瓜进行消解,采用加压密封罐微波加热消解,酸溶液用量小,易挥发物损失小,是 ICP-AES 法测定样品的理想方法。与其他测定方法相比,微波消解 ICP-AES 法具有准确、快速、检出限低、灵敏度高、线性范围宽、待测元素不受污染等特点<sup>[6]</sup>。该方法准确度与精确度均达到满意结果,能满足苦瓜中常量及微量元素的测定。

1 试验部分

1.1 仪器与试剂

1.1.1 主要仪器

CM-MSD- II (西安中马科技有限公司制造)微波消解系统,100 mL 聚四氟乙烯消解罐 11 个,美国利曼公司(Leeman Labs.)ps- I 型中阶梯光栅光谱仪,其波长范围 190~800 nm,高频发生器频率 40.68 MHz,耦合功率 1.0 kW,冷却水压力 0.27 MPa,3 层同心可拆卸式石英炬管,格网雾化器(Hidrbrand Grid),氩气流量为冷却气 12 L/min,载气 0.3 L/min,进样方式为蠕动泵进样,样品提升量 1 mL/min。

1.1.2 主要试剂

光谱纯或高纯试剂配成 1 g/L 下列元素 Ca、Mg、Fe、Mn、Zn、P、Na、Cu、Ba、K 单标准贮

备液,用时稀释为 K、Ca、Mg、P 100.0  $\mu\text{g/mL}$ , Ba、Mn、Fe、Cu、Zn、Na 10.0  $\mu\text{g/mL}$ ,均含体积分数 5%  $\text{HNO}_3$  的上述溶液为高标,体积分数 5%  $\text{HNO}_3$  溶液为低标,所用酸均为高纯试剂(天津化学试剂三厂),水为去离子水。

1.2 分析步骤

1.2.1 样品的处理方法

将苦瓜洗净,在 80℃ 温度下烘干,粉碎磨细,80℃ 再烘 48 h。准确称取苦瓜 0.200 0 g 放入聚四氟乙烯消解罐底部,加入 4 mL  $\text{HNO}_3$ ,浸泡 24 h,加 0.5 mL  $\text{HClO}_4$ ,0.5 mL 去离子水放置 0.5 h 后,用 CM-MSD- II 微波消解系统进行消解。压力设定不超过 400 KPa,按所设定程序 1 进行消解(见表 1),消解过程中微波炉排气扇始终排放,消解结束后冷却 10 min,在通风橱中打开罐盖,此时溶液为无色透明溶液,说明消解完全,把样品罐放回微波炉转盘上赶酸至近干,取出样品加 0.5 mL  $\text{HNO}_3$  溶解样品,再用去离子水稀释定容到 10 mL 比色管中,样品待测。

表 1 微波消解程序

步 骤	1	2	3	4
功率/W	100	200	300	400
时间/S	300	300	600	600

1.2.2 样品的测定

仪器经汞灯(Hg 8 296.73 nm)校正后,采用折衷元素 N(100  $\mu\text{g/mL}$ )进行光源最佳化自

第一作者:硕士研究生,实验师。

\* 天津市科委自然科学基金资助项目(No.033608311)

收稿时期 2003-11-15,改回时间 2003-12-30

动调整 ,在选定分析元素波长后 ,用高、低标准溶液制作校正曲线 ,确认后 进行样品测定。在测定过程中可随时用高、低标准溶液进行更新标准曲线 ,以保证标准曲线准确性。

2 结果与讨论

2.1 微波消化试剂的选择与用量

关于微波消化所用试剂的报道很多<sup>[ 2~5 ]</sup>。通过试验发现 ,仅用 HNO<sub>3</sub>-HClO<sub>4</sub>-H<sub>2</sub>O 这一消化体系浸泡试样 ,再按表 1 程序进行消解 ,就能得到消解完全的透明试样溶液。进一步研究表明 4 mL HNO<sub>3</sub> + 0.5 mLHClO<sub>4</sub> + 0.5 mL H<sub>2</sub>O 即可得到良好效果。

2.2 介质的影响

ICP-AES 法测定中 ,样品溶液为 5% HNO<sub>3</sub> 的酸性去离子水介质 ,试验中要注意保持高标、低标溶液与样品溶液酸度和介质的一致性 ,从而消除空白溶剂对测定样品的影响。

表 3 苦 瓜 的 精 密 度 测 定 ( n = 7 )

元 素	Na	K	Ca	Ba	Mn	Fe	Cu	Mg	Zn	P
平均值/ $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$	379	19 190	6 016	4.03	31.7	89.23	11.07	3 869	80.0	3 949
相对标准偏差/%	6.3	1.29	3.59	3.9	1.95	1.8	3.45	0.86	2.27	2.33

表 4 苦 瓜 回 收 率 的 测 定 ( n = 7 )

测定元素	Na	K	Ca	Ba	Mn	Fe	Cu	Mg	Zn	P
原含量/ $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	7.58	383.8	120.3	0.08	0.63	1.79	0.22	77.4	1.6	79
加入量/ $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	1.0	10.0	10.0	1.0	1.0	1.0	1.0	10.0	1.0	10.0
测得量/ $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	8.50	393.6	121.3	1.06	1.64	2.74	1.19	87.9	2.53	88.4
回收率/%	92	98	100	98	101	95	97	105	93	94

取苦瓜 0.2000 g 7 份 ,分别加入上述 10 种元素 ,加入量见表 4 ,消化方法同 1.2.1 中的试验方法 ,定容至 10 mL ,测定溶液中各元素的含量 ,进行回收实验 ,结果见表 4 ,回收率在 92% ~105% 之间。由表 3、表 4 可知 ,ICP-AES 法测定苦瓜中的常量和微量元素有较高的精密度和准确度 ,适合苦瓜中常量和微量元素的同时测定。

2.5 讨 论

( 1 )微波消解对于处理植物样品是比较理想的方法 ,使溶样周期缩短 ,从而减少样品损

2.3 元素分析线与检出线

元素检出限 :对该试验用的空白溶液进行了 10 次重复测定 ,得 3 倍标准偏差( 3 s ) ,对应的 Ca、Mg、Mn、Fe、Zn、P、Cu、Ba、K、Na 元素的浓度值 ,即为各元素检出限( 见表 2 )。

表 2 元素分析线与检出限

元 素	波 长 /nm	级 次	检出限 / $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$
Ca	315.97	71	30
Mg	327.55	81	0.15
Mn	257.61	88	1.4
Fe	766.46	95	5
Zn	213.86	105	1.8
P	214.91	104	76
Cu	324.75	68	5
Ba	455.403	49	1.3
K	238.204	29	60
Na	588.995	38	29

2.4 精密度与准确度

试验中对苦瓜进行了 7 次平行测定 ,其结果见表 3 ,相对标准偏差为 0.86% ~6.3%。

失 ,特别是易挥发的微量元素。

( 2 )由测定结果的精密度和准确度可知 ,此法稳定、可靠 ,且 Ca、K、Mg、P 含量最高 ,Fe、Na、Zn、次之 ,Cu、Ba、Mn 含量最低。测定结果为苦瓜的科学食用、药用、综合利用提供了实验数据和理论依据。

参 考 资 料

1 CaroLi S , Forte G , Lamiceli A L et al. Determinition of essential and potential toxic trace elments honey by inductively coupLed plasma-based teachniques[ J ]. Talanta ,1999 ,50( 2 ) 327~336

2 高宝岩,姜 燕.电感耦合等离子体发射光谱测定面粉中多种元素[J].天津师范大学学报,1992,12,(1):72~74

3 曾宪津,李秋堂,刘春兰等.生物样品中的微波-消解电感耦合等离子体原子发射光谱多元素同时分析[J].分析化学,1991,19(5):605~608

4 李 凤,廖振环,丁键华等.中草药中多种微量元素的 ICP-AES 同时测定研究[J].光谱学与光谱分析,2000,20(1):58~60

5 许 刚,邢文会.微波消化技术在植物中测定微量元素的研究[J].中国卫生检验杂志,1999,9(4):250

6 薛 平,傅英文,苑 利.微波消解-FAAS 法测中成药中的钾、钠、铜、铅、镉[J].光谱实验室,2001,18(1):63~65

Determination of the Content of Major and Trace Elements in Bitter Melons by Microwave Digestion ICP-AES

Huo Jianzhong Chen Hong Wang Zhenying

(College of Chemistry and Life Science, Tianjin Normal University, Tianjin 300074)

**ABSTRACT** The bitter melons were digested by ICP-AES technique. The concentration of major and trace elements were determined by ICP/Echelle spectrometer (American Leeman labs). The relative standard deviation of measurement was 0.86%~6.3%. The rate of recovery of added samples standard was 92%~105%. This research may provide the theoretic basic for researching the nutritional value and pharmaceutical value of bitter melon.

**Key words** microwave digestion, ICP-AES, bitter melon, element

茅台酒年产突破 1 万 t

行业动态

以卓尔不群的品质享有国酒之誉的茅台酒,截止到 2003 年底,产量已达 1 万 t,这是茅台集团长期探索茅台酒神秘的传统工艺,并使之形成大规模工业化生产的结果。

茅台酒原产于赤水河一条狭长峡谷拐弯处的茅台镇,生产工艺特殊,生产周期长,其生产环境具有唯一性而不可复制。茅台酒生产出来后,还必须窖藏 5 年后才能出厂。1974 年为提高茅台酒的产量,国家曾在距茅台酒产地 130km 的遵义选址,将茅台酒企业的技术人员、设备、工艺、原料。乃至窖泥,全部搬到茅台异地试验厂进行大规模试验,历经长达 9 个生产周期、63 个轮次、3000 多次分析试验后,最终得出了“离开了茅台,就不可能生产出茅台酒”的结论。1978 年,茅台酒产量首次突破 1 000t。1992 年,茅台酒产量突破 2 000t。之后,茅台酒厂组建为企业集团,开始进入大发展的新时期。

政策 标准 法规

食品卫生新标准将于 2004 年 5 月 1 日起实施

《非发酵性豆制品及面筋卫生标准》等 77 项食品卫生新标准,已由卫生部、国家标准化管理委员会批准发布,将于 2004 年 5 月 1 日起实施。

我国加入 WTO 后,为提高食品卫生管理水平,使之与国际接轨,由卫生部卫生监督检验所负责对 464 个国家食品卫生标准及其检验方法进行了系统清理修订。此次标准修订,全面参照国际食品法典标准,其科学性、合理性与先进性有了进一步提高。目前已有 314 项新修订的标准经卫生部、国家标准化管理委员会批准发布,其中《食品卫生微生物学检验总则》237 项食品卫生检验方法已于 2004 年 1 月 1 日起实施。