

微波消解-原子吸收光谱法测定酵母中 铁、铜、锰、铅、镉

雷红琴 刘绪斌 罗琼 孟茹* 栗有志 李芳

(伊犁出入境检验检疫局 综合技术服务中心, 新疆 伊犁 835000)

摘 要 采用微波消解-原子吸收光谱法测定了高活性干酵母中铁、铜、锰、铅及镉 5 种微量元素含量。用微波消解法处理样品, 具有简便、快速的优点。方法的标准曲线线性关系良好 ($r = 0.995 \sim 0.999$), 方法加标回收率在 96.0%~103.0%, 相对标准偏差(RSD, $n = 6$) 在 2.0%~4.9%。表明方法具有较好的准确性和重复性, 用于实际酵母样品的测定, 获得了满意的结果。

关键词 微波消解; 原子吸收光谱; 酵母; 微量元素

中图分类号: O657.31; TH744.11 文献标志码: A 文章编号: 2095-1035(2015)01-0001-03

Determination of Fe, Cu, Mn, Pb and Cd in Yeast by Microwave Digestion-Atomic Absorption Spectrometry

LEI Hongqin, LIU Xubin, LUO Qiong, MENG Ru*, SU Youzhi, LI Fang

(Comprehensive Technical Service Centre of Yili Entry-exit Inspection and Quarantine Bureau, Yili, Xinjiang 835000, China)

Abstract Five trace elements (iron, copper, manganese, lead and cadmium) in yeast were determined by microwave digestion-atomic absorption spectrometry. The results show that this method is rapid, simple and efficient (five elements per test), and it had a good linear relationship ($r = 0.995 \sim 0.999$). The recovery was in the range of 96.0%~103.0% and the relative standard deviation (RSD, $n = 6$) was 2.0%~4.9%. The good features of the proposed method indicated that it has good accuracy and repeatability. This approach provides a viable alternative to the determination of Fe, Cu, Mn, Pb and Cd in yeast samples with satisfactory results.

Keywords microwave digestion; atomic absorption spectrometry; yeast; trace elements

0 引言

高活性干酵母是一种可食用的、营养丰富的、很有应用价值的单细胞微生物, 被广泛用于食品、酿酒工业、医药及养殖业等领域^[1]。酵母中有铜、铅及镉等有害元素, 所以铅和镉的含量是外贸产品必检的项目之一。除此之外, 酵母中还有人体不可或缺

的营养元素, 如铁、锰、锌等。据报道在一定条件下酵母具有富集铁、铜、锌等金属元素的功能^[2-3], 当富集太多, 也会对使用者产生危害, 所以了解酵母中 Fe, Cu, Mn 含量也很重要。目前微量元素的测定方法有原子吸收光谱法^[4-5]、电感耦合等离子体原子发射光谱法 (ICP-AES)^[6-7]、电感耦合等离子体质谱法 (ICP-MS)^[8-9]、原子荧光光谱法、分光光度法等^[10]。

收稿日期: 2014-11-05 修回日期: 2014-12-18

基金项目: 国家质检总局课题(2014IK125)资助

作者简介: 雷红琴, 女, 工程师, 主要从事动植物产品中元素检测分析研究。E-mail: lhq2010320@sina.com

* 通信作者: 孟茹, 女, 工程师, 主要从事动植物产品中有害物质分析研究。E-mail: rumeng5034@sina.com

而一次消解,用原子吸收光谱法同时测定多元素的方法较少。采用微波消解-火焰及石墨炉原子吸收光谱法对来自不同厂家的 5 种高活性干酵母中铁、铜、锰、铅和镉的含量进行了分析,并做了加标回收实验,方法具有检测速度快、精密度好、简便实用等优点,分析结果令人满意。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

Zeenit 700P 原子吸收光谱仪(德国耶拿分析仪器股份公司);Fe,Cu,Mn,Pb 和 Cd 元素空心阴极灯(北京有色金属研究总院);Milli-Q 超纯水机(美国密理博公司);MARSXpress 微波消解仪(美国 CEM 公司);EH20A plus 微控数显电热板(上海莱伯特有限公司)。

浓硝酸,过氧化氢(H_2O_2 ,30%)均为优级纯,磷酸二氢铵为光谱纯;实验用水为自制去离子水($>18.2\text{ M}\Omega\cdot\text{cm}$)。

Fe,Cu,Mn,Pb,Cd 单元素标准储备溶液($1\,000\,\mu\text{g}/\text{mL}$):购自国家有色金属及电子材料分析测试中心。

实验过程中所用的器皿均用 HNO_3 (30%, v/v) 浸泡 24 h 以上,然后用去离子水洗净,防尘储藏备用。

1.2 样品处理

准确称取约 0.3 g(精确至 0.000 1 g)样品于聚四氟乙烯消化罐中,加入 0.5 mL 去离子水润湿,再加入 6.0 mL 浓硝酸,放置 2 h,加入 2.0 mL 过氧化氢,轻轻摇匀,使样品与消解液充分接触,盖好内外盖,置于微波消解仪中,根据表 1 中程序进行消解,消解完毕,转移至三角瓶中进行加热,待剩余约 1~2 mL 溶液后,再转移至 25 mL 刻度管中,用超纯水定容,同时做空白实验。

表 1 微波消解程序

Table 1 Microwave digestion procedure

功率/W	升温时间/min	温度/℃	保持时间/min
1 600	5.0	120	5.0
1 600	5.0	160	10.0
1 600	5.0	180	10.0

2 结果与讨论

2.1 火焰原子吸收光谱仪工作条件选择

由于 Fe,Cu,Mn 含量较高,所以采用空气-乙炔-氩气火焰原子吸收光谱法进行测试。采用氘灯

扣背景,使用各元素标准溶液测试进行仪器实验条件优化,最优化仪器工作条件见表 2。

表 2 火焰原子吸收法测定条件

Table 2 Working conditions of flame atomic absorption spectrometry

元素	波长/ nm	灯电 流/mA	光谱带 宽/nm	乙炔气/ 空气流量/ ($\text{L}\cdot\text{h}^{-1}$)	燃烧气 流量/ ($\text{mL}\cdot\text{min}^{-1}$)	燃烧器 高度/ mm
Fe	248.3	6.0	0.2	65	5.0	6
Cu	324.8	3.0	1.2	50	5.0	6
Mn	279.5	7.0	0.2	60	5.0	6

2.2 石墨炉原子吸收光谱仪工作条件

酵母中 Pb 和 Cd 含量较低,所以采用灵敏度较高的石墨炉原子吸收光谱法进行测试。酵母中含有丰富的蛋白质,消解后会产生一些有机质,提高背景干扰。所以除了用塞曼扣背景之外,在测试过程中选择加入磷酸二氢铵来降低基质干扰,磷酸二氢铵能够提高样品灰化温度,抑制元素挥发,从而减少损失。同时对铅和镉的石墨炉升温程序进行优化,最佳工作条件见表 3 和表 4。

表 3 铅、镉元素仪器测定条件

Table 3 Determination conditions for the determination of Pb and Cd

元素	波长/nm	灯电 流/mA	光谱带 宽/nm	背景校 正方式	所用气体
Pb	283.3	4.0	0.8	塞曼	氩气
Cd	228.8	3.0	1.2	塞曼	氩气

表 4 测定铅、镉的石墨炉升温程序

Table 4 Temperature raising procedure of graphite furnace for the determination of lead and cadmium

步骤	温度/℃		升温速率/ ($^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$)	保持 时间/s	氩气流量/ ($\text{mL}\cdot\text{min}^{-1}$)
	铅	镉			
干燥 1	75	75	3	20	400
干燥 2	90	90	1	20	400
干燥 3	110	110	5	10	400
灰化	800	700	300	4	400
原子化	1 700	1 600	1 400	4	0
除残	2 300	2 300	500	4	400

2.3 校准曲线的绘制

准确移取 Fe,Cu,Mn,Pb,Cd 标准储备溶液,分别用 HNO_3 (2%) 稀释并配制成相应标准系列工作溶液,按照最佳仪器工作条件进行测试,并根据吸光度值(A)和溶液浓度值(C)计算线性回归方程、相关系数 r ,结果见表 5。由表 5 可见,在测定范围内各元素浓度与吸光度均呈良好的线性关系。

表 5 回归方程、相关系数、线性范围

Table 5 Linear regression equation								
元素	标准系列工作溶液浓度/($\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$)					线性回归方程	相关系数 r	线性范围/($\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$)
Fe	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00	$A=0.0906C+0.0129$	0.9972	1.00~5.00
Cu	0.50	1.00	1.50	2.00	2.50	$A=0.1107C+0.0036$	0.9978	0.50~2.50
Mn	0.50	1.00	1.50	2.00	2.50	$A=0.1512C+0.0075$	0.9990	0.50~2.50
Pb*	4.00	8.00	12.0	16.0	20.0	$A=0.0015C+0.0024$	0.9970	4.0~20.0
Cd*	0.60	1.20	1.80	2.40	3.00	$A=0.0168C+0.0025$	0.9951	0.6~3.00

注: * 单位为 ng/mL

2.4 样品测定

称取样品各 3 份,按样品处理方法处理样品,在仪器最优测试条件下进样测定 3 遍,取其平均值,结果见表 6。

表 6 样品测定结果

Table 6 Analytical results of samples($n=3$)						
						/($\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$)
样品编号	Fe	Cu	Mn	Pb	Cd	
1 [#]	33.1	5.30	6.77	0.041	0.023	
2 [#]	37.8	4.27	6.30	0.068	0.025	
3 [#]	42.1	3.22	5.96	0.138	0.084	
4 [#]	33.4	4.46	5.44	0.219	0.038	
5 [#]	36.0	4.99	5.40	0.201	0.024	

从表 6 可以看出这 5 种酵母均含有 Fe,Cu,Pb,Cd,Mn 元素。各金属元素含量范围分别为 Fe:33.1~42.1 mg/kg ,Cu:3.22~5.30 mg/kg ,Pb:0.041~0.219 mg/kg ,Cd:0.023~0.084 mg/kg ,Mn:5.40~6.77 mg/kg 。有益元素 Fe 含量最高,5 种酵母含量均超过 30 mg/kg ,有害元素 Cd 的含量最少,5 种酵母的含量差异性不大,3[#] 样品含量最高为 0.084 mg/kg 。其中,3[#]~5[#] 样品中 Pb 含量虽然没有超过卫生标准的限量,但是也应该引起我们的重视。

2.5 加标回收与精密度实验

为了验证实验方法的准确度和精密度,选择 3[#] 酵母样品进行加标回收及精密度实验,加入一定量的 Fe,Cu,Mn,Pb,Cd 的标准溶液,以表 1~表 3 中所列的最佳实验参数测定,计算相对标准偏差,结果见表 7。

表 7 加标回收与精密度

Table 7 Results of recovery and precision test ($n=6$)						
元素	单位	样品原含量	加标量	测得值	回收率/%	RSD/%
Fe	mg/L	0.956	1.00	1.97	101.4	3.6
Cu		0.139	0.100	0.235	96.0	4.9
Mn		0.049	0.050	0.098	98.0	2.0
Pb	$\mu\text{g/L}$	1.68	2.00	3.74	103.0	4.0
Cd		1.09	1.00	2.08	99.0	2.4

从表 7 可以看出,Fe,Cu,Mn,Pb,Cd 5 种元素

的加标回收率在 96.0%~103.0%,RSD 值($n=6$) 在 2.0%~4.9%,说明采用原子吸收光谱法测定这 5 种元素稳定性良好,结果准确可靠,方法的准确度较好、精密度较高,满足定量分析要求。

3 结论

用微波消解-原子吸收光谱法能够准确、简便、快速地测定酵母中的微量元素含量。建立了微波消解-原子吸收光谱法测定高活性干酵母中多种金属元素的方法。微波消解具有取样量少,用酸少,消化周期短、消化完全等优点。一次消解样品可分别进行多种元素的测定,适用于实验室对出口酵母中有害元素的日常分析,对酵母中金属元素含量的测定具有重要意义。

参考文献

[1] 王聪,黄应祥,刘强. 酵母和酵母培养物在养殖生产中的应用[J]. 江西畜牧兽医杂志,2005(4):25-26.

[2] 孙会,王伟利,钱爱东,等. 酵母富集微量元素铜的研究[J]. 吉林畜牧兽医,2004(11):7-9.

[3] 王利伟,王雅华,孙会. 酵母菌富集微量元素铁、锌的研究[J]. 吉林农业大学学报,2001,23(4):93-96.

[4] 程先忠,张开诚,金灿. 微波消解-石墨炉原子吸收光谱法测定酵母粉中的微量铅和镉[J]. 分析科学学报,2008,24(1):67-70.

[5] 雷红琴,史岷山,杨菊清,等. 火焰原子吸收光谱法测定羊血中铁、铜和锌 3 种微量元素[J]. 光谱实验室,2013,30(6):2969-2972.

[6] 丁文军,钱琴芳. 富铬酵母中 14 种元素的 ICP-AES 测定[J]. 光谱学与光谱分析,1999,19(4):595-597.

[7] 阮桂色. 电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)技术的应用进展[J]. 中国无机分析化学,2011,1(4):15-18.

[8] 侯冬岩,回瑞华,李铁纯,等. 电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)同时测定正山小种红茶中 18 种微量元素[J]. 中国无机分析化学,2012,2(2):52-56.

[9] 程先忠,金灿,张开诚. 微波消解 ICP-MS 法测定啤酒度酵母中的微量金属元素[J]. 光谱学与光谱分析,2008,28(10):2421-2424.

[10] 程先忠,李永明,张茜. 微波消解-分光光度法测定酵母中的微量锌[J]. 武汉工业学院学报,2007,26(4):28-31.