

原子吸收光谱法测定龙须菜中 7 种微量元素含量

张改荣 向志文

(广东汕头大学分析测试中心 广东省汕头市大学路 243 号科技楼 515063)

摘要 采用干法灰化-原子吸收光谱法测定龙须菜中的铜、铁、锰、镁、锌、铬、镍 7 种微量元素含量, 结果表明: 龙须菜中含有丰富的人体必需的微量元素, 作为食用蔬菜对人体补充微量元素有较高的利用价值。该法具有良好的准确度和精密性, 加标回收在 90.0%—100.2% 范围内, 相对标准偏差(RSD) 5.0%, 结果可靠, 操作方便, 可用于同类藻类制品的测定。

关键词 原子吸收光谱法, 龙须菜, 微量元素。

中图分类号: O 657. 31

文献标识码: B

文章编号: 1004-8138(2007)06-1005-04

1 前言

龙须菜(*Gracilaria lemaneiformis*) 是一种大型海藻, 系红藻门, 杉藻科, 江蓠属^[1], 又名海发菜, 是我国继海带、紫菜、裙带菜之后的第四大栽培海藻。原产于中国山东省沿海和日本冲绳岛一带海域, 近年来在广东、福建等省沿海养殖成功并大量种植, 汕头市南澳县是我国重要的龙须菜养殖基地之一, 其产品已行销四川、江苏、上海、珠海等 10 多个省、市^[2], 它富含海藻多糖、维生素、蛋白质以及磷、钙、碘、铁、锌、镁等多种矿物质以及多种人体必需的微量元素和活性物质。具有较高的保健和营养价值。明代李时珍在《本草纲目》中指出: 龙须菜可以治瘦结热气, 利小便。因此, 龙须菜对人体有着极为重要的保健功效, 且营养价值高, 是“下八珍”的一珍^[3], 现代医学研究表明, 龙须菜所含的多糖能明显增强细胞免疫和体液免疫功能, 并可以促进淋巴细胞转化, 提高机体的免疫力。为了进一步了解龙须菜的营养及药用价值, 推动龙须菜产业的进一步发展, 本文采用干法灰化样品, 原子吸收光谱法对龙须菜中的铜、锰、锌、铁、镁、镍、铬元素进行了分析测定, 为龙须菜的养殖与食疗保健功效提供基础性数据。

2 实验部分

2.1 仪器及试剂

2.1.1 仪器

美国热电公司 SOLAARM K II 系列 M 6 型火焰/石墨炉一体化全自动多元素原子吸收光谱仪;
铜、锰空心阴极灯(美国热电公司);
锌、铁、镁、镍、铬空心阴极灯(北京曙光明电子光源有限公司);
GF95 塞曼石墨炉电源及炉体, FS95 石墨炉自动进样器。
AL 204 电子天平(瑞士 Mettler Toledo 公司); Milli-Q 50 超纯水仪(美国 Millipore 公司); 美国

联系人, 电话: (0754) 2904609; 手机: (0) 13542857009; E-mail: grzhang@stu.edu.cn

作者简介: 张改荣(1966—), 女, 山西省保德县人, 工程师, 主要从事原子吸收, 电化学分析, 理化检验。

收稿日期: 2007-08-04; 接受日期: 2007-08-30

NEY 2-525 series II 程序控温马弗炉。

2.1.2 试剂

铜、锰、锌、铁、镁、镍、铬标准储备溶液, 购自国家钢铁材料测试中心钢铁研究总院, 浓度均为 $1000\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

硝酸为优级纯试剂, 其他试剂均为分析纯, 实验用水均为二级水。

2.2 样品收集

三种不同批号的龙须菜, 购于汕头普通的商店, 产自汕头南澳。

2.3 分析步骤

2.3.1 样品的处理

将龙须菜样品用自来水冲洗干净, 再用三级水洗 2 遍, 接着用二级水冲洗 2 遍, 把样品放入干净瓷盘中, 放入烘箱中 85°C 烘干至恒重, 粉碎过 100 目筛, 称取龙须菜样品约 2g, 精确至 0.0001g , 放入坩埚中, 加入 1mL 硝酸, 加盖后置控温电热板上缓缓加热蒸干炭化, 再把坩埚放进马弗炉中, 设定升温程序: 升温速率 $8^\circ\text{C}/\text{min}$ 在 550°C 恒温 (4h) 灰化至灰白色, 冷却后, 加 5mL (1+1) HNO_3 加热使其溶解, 必要时进行过滤, 用二级水稀释定容至 50mL, 再根据需要稀释各溶液, 在选定仪器最佳条件下, 通过火焰原子吸收法测定 Fe、Zn、Cu、Mn、Mg 的含量; 通过石墨炉原子吸收法测定 Ni、Cr 的含量, 同时做试样空白。

2.3.2 标准工作溶液的配制

准确吸取 10.0mL 浓度为 $1000\mu\text{g}/\text{mL}$ 的各元素标准储备溶液用 0.5mol/L 硝酸或用 0.2% 硝酸稀释定容 100mL, 摇匀, 制成浓度为 $100\mu\text{g}/\text{mL}$ 的铜、铁、锰、镁、锌、镍、铬标准使用溶液, 然后根据需要逐级稀释配制成各种金属元素相应质量浓度, 作为标准工作溶液系列, 各元素标准质量浓度系列如下:

镁: 0.00, 0.10, 0.20, 0.30, 0.40 mg/L ;
 铜: 0.00, 0.50, 1.00, 3.00, 5.00 mg/L ;
 铁: 0.00, 0.25, 0.50, 1.00, 2.00, 3.00 mg/L ;
 锰: 0.00, 0.25, 0.50, 1.00, 1.50, 2.00 mg/L ;
 锌: 0.00, 0.20, 0.40, 0.60, 0.80, 1.00 mg/L ;
 铬: 0.00, 0.50, 1.00, 3.00, 5.00 $\mu\text{g}/\text{L}$;
 镍: 0.00, 1.00, 5.00, 10.0, 20.0 $\mu\text{g}/\text{L}$ 。

2.3.3 仪器工作条件选择

经多次试验确定了仪器的最佳工作条件见表 1, 表 2。

表 1 火焰原子吸收光谱法工作条件

元素	波长 (nm)	燃烧头高度 (mm)	最大灯电流 (mA)	火焰类型	燃气流量 (L/min)	光谱通带 (nm)
铁	248.3	7	12	Air-C ₂ H ₂	1.3	0.5
铜	324.8	7	5	Air-C ₂ H ₂	1.1	0.5
锌	213.9	7	4	Air-C ₂ H ₂	1.2	0.2
锰	279.5	7	12	Air-C ₂ H ₂	1.0	0.2
镁	285.2	7	5	Air-C ₂ H ₂	1.1	0.5

表 2 石墨炉原子吸收光谱法工作条件

元素	铬	镍
测定波长 (nm)	357.9	232
通带宽度 (nm)	0.5	0.1
最大灯电流 (mA)	4	8
干燥 (/s)	100/50.0	100/30.0
灰化 (/s)	1200/30.0	1000/20.0
原子化 (/s)	2500/3.0	2500/3.0
清除 (/s)	2700/3.0	2600/3.0
测量方式	峰高	峰高
氩气流量 (L/min)	0.2	0.2
原子化段是否停气	是	是
进样量 (μL)	15.0	15.0
基体改进剂 (μL)	0	0
石墨管类型	涂层	涂层

3 结果与讨论

3.1 校准曲线的回归方程及相关系数

按前述方法标准系列进样 3 次以平均吸光度对浓度作图, 结果表明: 浓度范围铁 0.00—3.00 mg/L; 镁 0.00—0.40 mg/L; 锰 0.00—2.00 mg/L; 铜 0.00—5.00 mg/L; 锌 0.00—1.00 mg/L; 铬 0.00—5.00 μg/L; 镍 0.00—20.0 μg/L; 时与其吸光度呈良好的线性关系, 线性回归方程, 相关系数见表 3。

表 3 龙须菜中各元素校准曲线回归方程与相关系数

元素	回归方程	相关系数
铁	$y = 0.01684x + 0.0015$	0.9972
铜	$y = 0.09502x + 0.0062$	0.9993
锌	$y = 0.22996x - 0.0184$	0.9990
锰	$y = 0.051720x + 0.0025$	0.9991
镁	$y = 0.62248x + 0.0041$	0.9992
镍	$y = 0.01659x + 0.0132$	0.9997
铬	$y = 0.11398x + 0.0239$	0.9996

3.2 检出限

按照本试验方法连续 11 次测定空白溶液, 并求其标准偏差 Sd, 按 IUPAC 1975 年规定, 元素的检出线定义为吸收信号相对于 3 倍噪声电平所对应的元素浓度。经计算得出铜、铁、锰、镁、锌、铬、镍检出限分别为 0.0032 mg/L、0.018 mg/L、0.0058 mg/L、0.0014 mg/L、0.0039 mg/L、0.013 μg/L、0.22 μg/L。

3.3 样品的分析结果

准确称取三批龙须菜样品各 6 份, 制备 6 份平行样分别测定样品中微量元素的含量, 计算 6 份样品中被测元素含量平均值及相对标准偏差 (RSD), 其结果见表 4 (含量以干品计, 单位: mg/kg)。

表 4 样品的分析结果 (mg/kg)

元素	编号					
	\bar{X}_1	RSD (%)	\bar{X}_2	RSD (%)	\bar{X}_3	RSD (%)
铁	171.40	1.3	190.42	4.2	177.53	1.8
铜	6.26	2.4	5.09	4.3	11.13	5.0
锌	89.53	1.6	91.10	4.2	71.75	3.2
锰	45.03	4.7	39.73	4.5	63.79	0.8
镁	2504.59	0.01	2008.43	0.8	2650.43	0.5
铬	0.428	3.2	0.806	2.9	0.378	5.0
镍	0.901	1.6	0.543	4.0	0.920	2.6

3.4 方法的精密度及加标回收试验

准确称取 6 份 1 号样品用于加标回收试验, 测定加标平均含量, 精密称取 1g 样品分别加入不同浓度的被测元素的标准溶液在水浴上蒸干, 同样品处理法经干法灰化后, 然后稀释定容进行回收

率测定。根据测定值计算回收率在 90.0%—100.2% 及精密度 RSD% (1.5%—5.0%) 之间, 结果比较理想, 其结果见表 5。

表 5 原子吸收法测定龙须菜样品的回收率和相对标准偏差

元素	样品含量 ($\mu\text{g/g}$)	加标量 ($\mu\text{g/g}$)	测定总量 ($\mu\text{g/g}$)	回收值 ($\mu\text{g/g}$)	平均回收率 (%)	RSD (%, $n=6$)
铁	171.40	120	289.90	118.50	98.8	4.7
铜	6.26	6.0	12.27	6.01	100.2	5.0
锌	89.53	90.0	170.53	81.00	90.0	3.1
锰	45.03	40.0	81.4	36.37	90.9	2.7
镁	2504.59	1000	3414.38	909.79	91.0	1.5
铬	0.428	0.50	0.928	0.500	100.0	3.3
镍	0.901	1.50	2.260	1.359	90.6	3.0

4 结论

本文采用传统的干法灰化样品, 用原子吸收光谱法测定龙须菜中 7 种微量元素含量, 试剂用量少, 环境污染少, 操作方便, 重复性、准确度好, 适用于藻类制品中微量元素的测定。

参考文献

- [1] 张峻甫, 夏邦美. 中国江蓠属海藻的分类研究[J]. 海洋科学集刊, 1976, 11: 91—163
- [2] 许国. 南澳龙须菜养殖已达规模化生产水平[J]. 水产科技情报, 2003, 3(1): 45
- [3] 叶怀义. 从营养价值谈“珍贵”食物[J]. 商业研究, 1978, (01): 24—27.
- [4] 夏剑秋, 张毅方. 大豆中主要营养成分和微量元素的功能作用[J]. 中国油脂, 2007, 32(1): 71—73
- [5] 范晓, 韩丽君, 周天成, 姜清香, 张燕霞. 中国沿海经济海藻化学成份的测定[J]. 海洋与湖沼, 1995, 26(2): 199—207.
- [6] 余杰, 王欣, 陈美珍, 张永雨, 龙梓洁. 潮汕沿海龙须菜的营养成分和多糖组成分析[J]. 食品科学, 2006, 27(1): 93—96
- [7] 钟秀倩, 钟俊辉. 微量元素与人体健康[J]. 现代预防医学, 2007, 34(1): 61—63
- [8] 王凤平. 原子吸收光谱法测定紫菜中微量元素[J]. 光谱实验室, 2006, 23(4): 694—697.
- [9] 黄志伟, 黎中良, 韦庆敏. 微波消解-火焰原子吸收光谱法测定紫菜中 8 种微量元素[J]. 广东微量元素科学, 2007, 14(1): 40—44
- [10] 黄晓东, 颜玉琼. 火焰原子吸收分光光度法测定大豆渣中锌的含量[J]. 山西农业, 2003, (3): 36—38

Detem ination of Seven Trace Elements in Gracilaria Lemaneiformis by Atomic Absorption Spectrometry

ZHANG Gai-Rong XIANG Zhi-Wen

(Analysis and Testing Center of Shantou University, Shantou, Guangdong 515063, P. R. China)

Abstract The content of Cu, Fe, Mn, Mg, Zn, Cr and Ni had been detem ined by dry ashing method-atomic absorption spectrometry. It can be drawn from our experiment that gracilaria lem aneiformis contains plenty of trace elements which are necessary for human body. In this experiment, the recovery with standard addition is 90.0%—100.2% and the relative standard deviation (RSD) is less than 5.0%. The method can also be applied to detem ination of other type of algae and give a satisfactory result

Key words Atomic Absorption Spectrometry, Gracilaria Lem aneiformis, Microelement