

白玉蜗牛微量元素的测定方法研究

辛士刚, 王莹, 周婉秋

沈阳师范大学化学与生命科学学院, 辽宁 沈阳 110034

摘要 以高压硝化罐硝化样品, 采用电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法和火焰原子吸收(AAS)法分别测定了白玉蜗牛中的Ca、Mg、Fe、Zn、Cu、Co六种微量元素的含量, 并对两种分析方法进行分析比较, 结果表明, ICP-AES法和AAS法测定的微量元素无显著性差异。方法回收率在92.4%~103.0%之间, 相对标准偏差均小于2.98%。实验证明, 白玉蜗牛含有丰富的有益微量元素, 是一种营养价值极高的绿色食品。

主题词 白玉蜗牛; 微量元素; ICP-AES; AAS

中图分类号: O657.3 **文献标识码:** A **文章编号:** 1000-0593(2006)07-1336-03

引言

蜗牛是陆生贝壳类的软体动物, 属于腹足纲。它营养丰富, 含有高蛋白、低脂肪、低胆固醇(其中蛋白质的含量比甲鱼高, 是瘦猪肉的二倍), 还含有八种人体必需的氨基酸, 以及人体必需的几种微量元素^[1]。而微量元素与人体健康息息相关^[2]。目前, 国内外对蜗牛微量元素分析方法的研究报道极少, 本文采用高压硝化罐密封硝解法对试样进行硝解^[3], 用ICP-AES法和AAS法分别对白玉蜗牛中的Ca、Mg、Fe、Zn、Cu、Co等六种微量元素进行研究测定, 为开发利用白玉蜗牛提供了科学依据。

1 实验部分

1.1 实验仪器与工作条件

DRE电感耦合等离子体原子发射光谱仪(美国Leeman公司)。功率1.1 kW, 氩气压力0.55 MPa、冷却气流量15 L·min⁻¹、辅助气流量0.3 L·min⁻¹、雾化气压力275.79 kPa、提升量1.5 mL·min⁻¹, 以及观察位置自动优化。TAS-986原子吸收分光光度计(北京普析通用仪器有限责任公司)。高压硝化罐(聚四氟乙烯高压熔样器)上海冶金研究院。超纯水器(Airum611di)德国赛多利斯。

1.2 试剂与标准溶液

硝酸(MOS级)、双氧水(优级纯)。

标准储备液: Ca、Mg、Fe、Zn、Cu、Co的标准液均为

1 000 μg·mL⁻¹。国家钢铁材料测试中心钢铁研究总院。

混合标准液: 将标准储备液用2%硝酸逐级稀释, 混合至浓度Ca、Mg、Fe、Zn、Cu、Co分别为0.00、5.00、10.00、20.00 μg·mL⁻¹, 用于ICP-AES法。

Ca、Mg、Fe、Zn、Cu、Co的单标溶液: 将各元素的标准储备液分别用2%硝酸逐级稀释至所需浓度, 用于AAS法。

1.3 样品处理

白玉蜗牛(购于蜗牛养殖基地), 去壳和内脏, 用去离子水洗净。在120℃条件下烘干, 用研钵研碎后过80目筛, 以硝化罐法处理。准确称取样品0.3000 g左右于硝化罐中, 加入10.00 mL混酸(HNO₃: H₂O₂=1: 1), 置烘箱120℃加热硝化3 h, 取出硝化罐冷却, 把硝化罐中的溶液全部移入50 mL容量瓶中, 以去离子水定溶, 待测。

1.4 测定

在仪器最佳工作条件下, 制作各元素的标准曲线, 根据标准曲线对各个样品进行测定。每个试样重复测定5次。

2 结果与讨论

2.1 ICP-AES法分析波长的选择及背景的校正

ICP-AES法对每个元素的测定都可以同时选择多条特征谱线, 而且光谱仪具有同步校正功能, 因此实验中对每个测定元素选取2、3条谱线进行测定, 综合分析强度、干扰情况及稳定性, 选择谱线干扰少、精密度好的分析线, 结果见表1。

收稿日期: 2005-03-16, 修订日期: 2005-06-18

基金项目: 辽宁省教育厅高等学校科学研究项目(202113191)资助

作者简介: 辛士刚, 1968年生, 沈阳师范大学化学与生命科学学院高级实验师

Table 1 Analytical Wavelength of elements

元素	Ca	Mg	Fe	Zn	Cu	Co
波长/nm	317.933	279.533	238.204	213.856	324.754	228.616

2.2 AAS法工作条件的选择

对六种元素的火焰原子吸收的工作条件分别进行了优化选择, 最佳工作条件见表 2。

Table 2 Parameters for atomic absorption spectrometry

元素	波长 / nm	光谱带宽 / nm	灯电流 / mA	乙炔流量 / (L · min ⁻¹)	空气流量 / (L · min ⁻¹)	PMT 电压 / V	燃烧器高度 / mm	燃烧器位置 / mm
Ca	422.7	0.4	4	2.3	5.0	-320.50	6.0	2.0
Mg	285.2	0.4	6	1.5	5.0	-253.50	6.0	2.0
Fe	248.3	0.2	5	1.0	5.0	-433.00	6.0	3.0
Zn	213.9	1.0	5	1.5	5.0	-250.50	5.5	3.0
Cu	324.7	0.8	4	1.8	5.0	-275.50	6.0	2.8
Co	240.7	0.2	9	1.3	5.0	-406.00	5.0	2.2

乙炔压力为 0.05 MPa, 空气压力为 0.25 MPa。

Table 3 Average concentration of trace elements (μg · g⁻¹) (n= 5)

元素	ICP-AES	RSD/ %	AAS	RSD/ %	t	F
Ca	8.714	0.43	8.710	1.01	0.09	5.51
Mg	1.865	1.25	1.859	1.58	0.36	1.59
Fe	359.7	1.03	363.5	2.55	0.85	6.28
Zn	78.50	1.08	78.60	2.10	0.12	3.77
Cu	50.72	1.56	50.40	2.98	0.42	3.61
Co	34.20	0.85	33.92	2.03	0.83	5.66

Table 4 Detection limits and relative standard deviations of the methods

元素	ICP-AES		AAS	
	检出限 / (μg · g ⁻¹)	RSD/ %	检出限 / (μg · g ⁻¹)	RSD/ %
Ca	0.0008	0.40	0.025	1.07
Mg	0.0005	1.05	0.005	1.85
Fe	0.0039	1.13	2.10	0.008
Zn	0.0024	1.00	1.80	0.009
Cu	0.0036	1.56	2.65	0.003
Co	0.0028	0.90	2.03	0.01

2.3 样品处理方法的选择及测定结果

本文采用正交试验法^[4], 按四因素四水平安排实验, 从而选出最佳的硝化条件, 以 ICP-AES 法和 AAS 法分别测定, 结果见表 3。

由表 3 可以看出, 白玉蜗牛中对人体有益的 Ca, Mg, Fe, Zn, Cu, Co 等微量元素与其它食品相比^[5], 普遍较高。

我们对两种分析方法进行数理统计计算, 求出相应的 F 值和 t 值, 见表 3。由表 3 可知, 所有元素 F 值均小于 $F_{0.90, 4, 4}$ ($F_{0.90, 4, 4} = 6.39$), 说明两种分析方法精密度无显著性差异。我们对两组平均值进行进一步分析, 发现各元素 t 值也均小于 $t_{0.90, 8}$ ($t_{0.90, 8} = 1.86$), 说明两种方法测定结果也无显著性差异, 无系统误差, 分析结果可靠。

3 方法的检出限及精密度

3.1 方法的检出限及精密度

对空白溶液重复测定 10 次, 取 3 倍标准偏差所对应的浓度为各元素的检出限, 结果见表 4。

3.2 加标回收实验

采用最佳实验条件, 用 ICP-AES 法和 AAS 法对六种元素分别做加标回收实验, 结果见表 5。

Table 5 Result of recoverys of the methods

元素	ICP-AES			AAS		
	加标量 / (μg · g ⁻¹)	平均回收值 / (μg · g ⁻¹)	平均回收率 / %	加标量 / (μg · g ⁻¹)	平均回收值 / (μg · g ⁻¹)	平均回收率 / %
Ca	10.00	9.85	98.5	10.00	9.38	93.8
Mg	10.00	9.94	99.4	10.00	9.45	94.5
Fe	5.00	4.84	96.8	5.00	4.62	92.4
Zn	5.00	5.08	101.6	5.00	4.76	95.2
Cu	5.00	5.15	103.0	5.00	5.12	102.4
Co	5.00	4.90	96.0	5.00	5.08	101.64

4 结 论

采用高压硝化罐法处理白玉蜗牛样品, 以 ICP-AES 法和 AAS 法分别测定了样品中 Ca, Mg, Fe, Zn, Cu, Co 六种微量元素的含量。结果发现, 白玉蜗牛中的以上几种对人体有益的微量元素的含量相近, 无显著性差异, 结果令人满

意。通过比较, ICP-AES 法比 AAS 法具有较多优点, 简单, 快速, 灵敏度高, 准确性好, 且多元素同时测定, 更适用于白玉蜗牛的微量元素分析。实验证明, 白玉蜗牛富含 Ca, Mg, Fe, Zn, Cu, Co 等对人体有益的元素, 是一种高档营养的保健食品, 经常食用可增强体力, 提高身体素质, 益寿延年。

参 考 文 献

- [1] KANG Jiā li, ZHANG Chang kui, TAN Rū cheng(康家礼, 张昌奎, 谭汝成). Food Science and Technology(食品科技), 1999, (2): 54.
- [2] CHI Xī zeng(迟锡增). Trace and Health of Human Body(微量元素与人体健康). Beijing: Chemical Industry Press(北京: 化学工业出版社), 1997.
- [3] CHANG Ping, WANG Song-jun, WANG Fei, et al(常平, 王松君, 王飞, 等). Spectroscopy and Spectral Analysis(光谱学与光谱分析), 2003, 23(3): 556.
- [4] WANG Ying, XIN Shī gang(王莹, 辛士刚). Spectroscopy and Spectral Analysis(光谱学与光谱分析), 2004, 24(10): 1253.
- [5] Nutrition and Food Hygiene Institution of China Prophylaxis Academy(中国预防医学科学院营养与食品卫生研究所). Food Ingredients Table(食品成分表). Beijing: People's Medical Publishing House(北京: 人民卫生出版社), 1991. 66.

Study of Determination Method of Trace Elements in White Jade Snail

XIN Shī gang, WANG Ying, ZHOU Wān qiu

Chemistry and Life Science College, Shenyang Normal College, Shenyang 110034, China

Abstract The contents of six trace elements, Ca, Mg, Fe, Zn, Cu and Co, in white jade snail were determined by ICP-AES and AAS using nitrifying method of high pressure nitrifying pot. The results of two analysis methods were compared, showing no obvious differences. The recoveries were 92.4%-103.0%, and the relative standard deviations were less than 2.98%. The experiment proved that white jade snail contains rich useful trace elements, and is a kind of green food with high nutrition.

Keywords White jade snail; Trace elements; ICP-AES; AAS

(Received Mar. 16, 2005; accepted Jun. 18, 2005)