

微波消解-火焰原子吸收光谱法 测定海藻中的微量元素

尹计秋 燕小梅^① 牛奔

(大连医科大学检验医学院化学教研室 辽宁省大连市旅顺南路西段 9 号 116044)

摘 要 利用微波消解-火焰原子吸收光谱法(FAAS)测定了大连产 5 种海藻样品中 Zn、Fe、Cu、Mn 4 种微量元素的含量。对微波消解条件和原子吸收光谱测定的条件进行了优化。实验结果表明,微波消解法操作简便快速、样品消解完全,空白值低、环境污染小;火焰原子吸收光谱方法选择性好,准确度高,回收率为 91%—105%。样品测定结果显示海藻中富含 Zn、Fe、Cu、Mn 4 种微量元素,不同海藻微量元素含量存在差异。

关键词 微波消解; 火焰原子吸收光谱法; 海藻; 微量元素

中图分类号: O657.31

文献标识码: B

文章编号: 1004-8138(2011)01-0118-03

1 引言

我国海藻资源丰富,许多海藻不仅营养丰富、味道鲜美,而且富含人体必需的多种微量元素,因此海藻的营养价值日益受到人们的广泛关注^[1,2]。微量元素的摄入量与人体健康和疾病有着非常密切的联系,微量元素的缺乏,可以引发各种疾病。本研究采用微波消解-火焰原子吸收光谱法测定大连 5 种海藻样品中 Zn、Fe、Cu、Mn 元素的含量,对海藻的食疗保健功效提供依据。

2 实验部分

2.1 样品的采集

海藻样品购于海鲜市场(主要产地为辽宁省大连沿海地区)。

2.2 仪器与试剂

AA 370MC 型原子吸收分光光度仪(上海精密科学仪器有限公司);WX-4000 微波快速消解系统(上海屹尧分析仪器有限公司);TG 328B 电光分析天平(上海天平仪器厂)。

铜、铁、锰和锌的标准储备液均为 $1.0 \times 10^3 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ (北京有色金属研究总院),按标准方法配制标准稀释液;硝酸和高氯酸均为优级纯。实验用水为二次蒸馏水。

实验中所用的容量瓶等玻璃仪器,使用前均用硝酸(1:3)浸泡 24h,然后用自来水、蒸馏水、二次蒸馏水冲洗干净,防尘贮藏备用。

2.3 样品处理与消解

将盐渍海藻洗净沥干,然后粉碎,放入洁净的烧杯中备用。采用微波消解法消解试样,准确称取 0.5g 试样置于聚四氟乙烯微波增压消解罐中,加入 10mL 硝酸-高氯酸(3:1)混合液浸泡 60min,

^① 联系人,电话:(0411)86110391; E-mail: yinjq@163.com

作者简介:尹计秋(1980—),女,辽宁省鞍山市人,讲师,主要从事医用化学教学和分析测试工作。

收稿日期:2010-04-09;接受日期:2010-05-20

然后放到微波炉中加热消解, WX-4000 微波消解快速系统工作条件为压力 $1.2 \times 10^6 \text{Pa}$, 消解时间为 10min, 消解温度为 120°C 。消解结束后, 取出消解罐, 冷却至室温后开罐, 消解后样品溶液透明略带黄色, 将消解液转移至 25mL 容量瓶中, 加二次蒸馏水稀释定容, 按同方法制备样品空白溶液, 备用。

2.4 测定条件

火焰原子吸收光谱法能很好的测定 Zn、Fe、Cu、Mn^[3], 优化的仪器工作条件见表 1。

表 1 AA 370MC 型原子吸收分光光度仪工作条件

元素	波长 (nm)	灯电流 (mA)	光谱通带 (nm)	乙炔流量 (L/min)	空气流量 (L/min)
锌	213.9	6.0	0.7	7	1.7
铁	248.3	5.0	0.2	7	1.7
铜	324.8	4.0	0.7	7	1.7
锰	279.6	4.0	0.7	7	1.7

2.5 测定方法

在仪器最佳工作条件下, 制作 4 种元素的校准曲线, 根据校准曲线对各个样品进行测定。

3 结果与讨论

3.1 消解方法的选择

消解常用方法主要有干法灰化法和湿法消解法等, 常规的湿法消解和微波消解效果相近, 但湿法耗时长, 而且造成的环境污染较严重^[4]; 干法灰化法操作简便, 但灰化温度低, 有机物干扰测定, 高温下挥发性元素铅、锌等元素易损失。利用微波与混酸结合的方法消解样品, 酸消耗量少, 大大降低了环境污染; 其次在密闭容器中进行消解, 易挥发性元素损失较少; 微波能直接穿透试样内部, 瞬间达到较高温度和压力, 试样消解完全, 空白值低, 所以本实验采用微波消解的湿法消解法。

3.2 校准曲线

按表 1 工作条件, 分别测定 Zn、Fe、Cu、Mn 标准系列溶液的吸光度。线性回归方程见表 2。在确定的浓度范围内, 各元素浓度与吸光度均成良好线性关系。

表 2 校准曲线

元素	校准曲线	相关系数	线性范围($\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$)
Zn	$A = 0.16171C + 0.01087$	0.9996	0.1—0.7
Fe	$A = 0.03671C + 0.00202$	0.9977	0.2—2.0
Cu	$A = 0.06306C + 0.00297$	0.9995	0.1—2.0
Mn	$A = 0.06877C + 0.00527$	0.9991	0.2—2.0

3.3 回收率的测定

在已知含量的样品中加入一定量的标准溶液, 按照前述样品测定过程条件, 进行加标回收率测定, 重复测定 2 次, 结果见表 3。通过测定结果可以看出本实验测定结果具有可信度, 该法可用于海藻中微量元素的准确测定。

表 3 元素回收率 (n= 2)

元素	样品原含量 ($\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$)	加标量 ($\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$)	加标测定值 ($\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$)	回收率 (%)
Zn	0.26	0.43	0.70	102
Fe	0.32	0.43	0.77	105
Cu	0.41	0.43	0.80	91
Mn	0.34	0.43	0.76	98

3. 4 样品测定结果

在同一条件下,在线性范围内测定样品中被测元素的吸光度,计算质量浓度及含量,结果见表 4。

表 4 样品分析测定结果				(mg/ kg)
海藻名称	Zn	Fe	Cu	M n
紫菜	4. 45	726. 92	8. 85	31. 50
裙带菜	6. 93	331. 56	2. 23	7. 76
海木耳	4. 82	173. 54	1. 90	11. 22
海白菜	1. 49	410. 55	2. 21	11. 75
龙须菜	3. 42	771. 96	1. 57	45. 15

3. 5 微量元素与健康分析^[5]

样品测定结果显示,含量最高的是Fe,其次是Mn,Cu和Zn。这4种微量元素都是人体必需的微量元素,缺乏这些元素可能产生贫血、免疫功能下降、代谢紊乱,发育迟缓等亚健康状态,进而引发疾病。例如:缺铁性贫血,其中女性发生率较高。因此成年女性应注意增加铁的摄入量。由表4结果可知,海藻中铁元素含量丰富,尤其是紫菜和龙须菜,可将其开发成补铁的保健品,开发利用前景广阔。

4 结论

微波消解-火焰原子吸收光谱法(FAAS)测定Zn、Fe、Cu、Mn基体干扰小,仪器背景低,方法准确度高。通过对大连5种常见食用海藻的分析测定可知,海藻中富含大量人体必需的微量元素。微量元素不能通过自身合成,只能通过外部获取,所以从微量元素摄取的角度,这5种海藻具有很大的食用和经济价值。

参考文献

[1] 景艳,张敏,贾宏勋.黑海海藻中微量元素含量研究[J].国外医学:医学地理分册,2009,30(1):46—47.
[2] 韩超,曹焯,余晶晶等.微波消解-电感耦合等离子体质谱法同时测定海藻羊栖菜中的微量元素[J].光谱实验室,2009,26(3):480—483.
[3] 虞锐鹏,成则丰,贡小清.微波消解-原子吸收法分析并比较4种贝母中的微量元素[J].光谱学与光谱分析,2007,27(12):2591—2594.
[4] 黎中良,黄志伟.微波消解-原子吸收光谱法测定大蒜中镁钙锌铜锰铁的含量[J].微量元素与健康研究,2006,23(1):40—43.
[5] 吕建州,马庆惠,张冬玲.大连旅顺沿海17种经济海藻微量元素的ICP测定[J].微量元素与健康研究,2005,22(3):41—43.

Determination of Microelements in Algae by FAAS
with Microwave Digestion

YIN Ji-Qiu YAN Xiao-Mei NIU Ben

(Department of Chemistry, College of Laboratory Medicine, Dalian Medical University, Dalian, Liaoning 116044, P. R. China)

Abstract Four kinds of microelements were detected by microwave digestion-FAAS. The Conditions of determination were optimized. The result shows that the method of Microwave is easy, rapid and accuracy, and has advantages of complete digestion of samples, low-value blank and less environmental pollution. The recoveries of certified reference were in the range of 91%—105%, which was in good agreement with the certified value of certified reference. The result shows that accumulations of iron, zinc, copper and manganese in algae are rich, but different.

Key words Microwave Digestion; FAAS; Algae; Microelement