

悬浮液进样-火焰原子吸收光谱法测定食用菌中的锰

王元忠¹, 李 涛², 刘鸿高^{3*}, 李兴奎³

1. 云南英茂生物技术实验室, 云南 昆明 650212

2. 玉溪师范学院, 云南 玉溪 653100

3. 云南农业大学, 云南 昆明 650201

摘 要 介绍了一种悬浮液进样-次灵敏线火焰原子吸收光谱法 (FAAS) 测定食用菌中锰的方法。以琼脂为悬浮剂将食用菌样品均匀、稳定地悬浮于琼脂溶胶中, 直接喷入空气-乙炔火焰中, 采用锰 280.1 nm 次灵敏线, 工作曲线或标准加入法测定, 省去了以往繁琐的样品化学前处理过程, 解决了高锰样品测定中由于称样量小、稀释倍数过大所引起的分析误差。方法简便、快速。用该法测定美味牛肝菌和黑柄钰囊蘑标准样品, 获得满意结果。

关键词 悬浮液进样; 次灵敏线; 火焰原子吸收光谱法; 食用菌; 锰

中图分类号: O657.3 **文献标识码**: A **文章编号**: 1000-0593(2007)05-1021-03

引 言

锰是人体内多种酶的重要组成元素, 而且具有抗化学癌变的作用。美味牛肝菌 (*Boletus edulis* Bull.: Fr.) 是聚锰菌类, 其含锰量很高, 是一种很好的营养食品, 因此, 测定美味牛肝菌中的锰含量有很大的实际意义。传统的样品处理方法 (干灰化法或湿消化法) 繁琐、费时、污染环境及易引起被测元素的损失和玷污。所以悬浮液进样技术对样品不进行任何化学处理, 直接进样测定, 显然是一种简便、快速和有实用价值的分析技术。此外, 食用菌普遍含锰量很高, 若采用 279.5 nm 灵敏线测定, 需尽可能减小称样量和多次稀释或偏转燃烧头方可上机测定, 导致较大的分析误差, 且操作繁琐。

悬浮液进样技术在石墨炉原子吸收光谱法测定中已有不少报道^[1-8], 在火焰原子吸收法中也有测定铁、锌、钙、镁的应用^[9, 10], 但应用于美味牛肝菌样品中锰的测定尚未见报道。本文以琼脂为悬浮剂将美味牛肝菌样品均匀、稳定地悬浮于琼脂胶体中, 不经稀释, 直接喷入空气-乙炔火焰中采用锰 280.1 nm 次灵敏线, 工作曲线法测定, 建立了食用菌中锰的悬浮液进样-次灵敏线火焰原子吸收光谱测定方法, 方法简便和快速。其测定精密度优于 279.5 nm 灵敏线测定结果。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

岛津 AA-680 型原子吸收分光光度计及 PR-5 型数据处理图示打印机; Mn 空心阴极灯; 旋涡混匀器; 锰标准溶液 (1 mg · mL⁻¹): 溶解 1.000 g 高纯金属锰于少量盐酸中, 在水浴上蒸干后, 加入 5 mL 盐酸, 再蒸干。加数滴盐酸和水溶解, 用去离子水准确稀释至 1 000 mL; 琼脂悬浮液 (0.15%): 将 1.50 g 琼脂水漂洗数次, 在 1 000 mL 去离子水中用水浴加热溶解。

1.2 仪器工作条件

分析线波长 280.1 nm, 狭缝 0.4 nm, 灯电流 5 mA, 燃烧器高度 6 mm, 乙炔气压力 0.9 kg · cm⁻², 乙炔气流量 1.8 L · min⁻¹, 空气压力 3.5 kg · cm⁻², 空气流量 8 L · min⁻¹, 氘灯扣除背景吸收。

1.3 实验方法

1.3.1 样品的处理

所测试的美味牛肝菌子实体采自云南省兰坪县金顶镇铅锌矿区林地下; 黑柄钰囊蘑子实体采自云南思茅市菜阳河林中的腐殖层上。两种子实体经 50 ℃ 烘干后, 用植物粉碎机粉碎, 过 100 目筛备用。

1.3.2 样品的测定

准确称取 0.200 ~ 0.500 g 样品于 50 mL 比色管中, 加

收稿日期: 2005-10-17, 修订日期: 2006-02-26

基金项目: 云南省自然科学基金项目 (2003C0006M) 资助

作者简介: 王元忠, 1981 年生, 云南英茂生物技术实验室实习研究员

*通讯联系人

e-mail: Liuhonggao@hotmail.com

入 0.15 % 的琼脂悬浮液 25 mL, 在旋涡混匀器上混匀, 按拟定的仪器工作条件直接喷入空气-乙炔火焰中测定, 由标准曲线及校正系数求得样品中锰的含量。

2 结果与讨论

2.1 琼脂悬浮液浓度的选择

琼脂加热溶解于水后形成胶体, 对固体微粒样品的悬浮能力随琼脂浓度的增大而增大。取适量样品于 50 mL 比色管中, 加入不同浓度琼脂悬浮液 25 mL, 在旋涡混匀器上混匀, 静置不同时间, 喷入空气-乙炔火焰中测定, 观察样品悬浮液吸光度的变化, 结果见表 1。实验表明, 常温下琼脂浓度在 0.10 % 时样品悬浮液即可稳定约 30 min, 浓度大于 0.20 % 时, 悬浮液粘度较大, 影响提升量和雾化效率, 吸光度反而降低, 浓度为 0.15 % 时悬浮能力强且流动性好。超过稳定时间测定, 需再次混匀。

Table 1 Stability of suspension sample

琼脂浓度/ %	静置时间/ h				
	0.5	1	2	4	8
0.05	0.194	0.121	0.097	—	—
0.10	0.309	0.217	0.122	0.101	—
0.15	0.318	0.312	0.256	0.234	0.098
0.20	0.301	0.304	0.296	0.274	0.168

2.2 分析方法的选择

实验表明, 采用工作曲线法测定的结果略为偏低, 这是由于琼脂液加入样品后粘度有所增加, 与标准系列溶液相比, 其吸样速率及雾化效率降低, 从而导致结果偏低。但由于标准加入法曲线与标准系列工作曲线平行, 可固定称样量并通过标准加入法曲线与标准系列工作曲线比较实验求出的校正系数进行校正。同样可获得准确的结果。此外, 样品必须充分磨细, 至少通过 100 目筛或更细, 同时称样量不宜过大, 以 0.200 g 左右较好。否则容易堵塞进样毛细管。

2.3 共存离子的影响

在实验条件下, 分别考察了常见离子对测定 $5.0 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 锰的影响。实验表明, 当相对误差控制在 $\pm 5\%$ 以内时, $2000 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 的 K^+ 和 Na^+ , $1000 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 的 Fe^{3+} , Zn^{2+} , Mg^{2+} , PO_4^{3-} , SO_4^{2-} 和 Ca^{2+} , $500 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 的 Cu^{2+} ,

Al^{3+} 和 Si^{4+} 及 $50 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 的 Pb^{2+} , Cd^{2+} , Cr^{3+} , Ni^{2+} 和 Sr^{2+} 不干扰 Mn 的测定。

2.4 精密度和线性范围

对 $5.0 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 的锰标准琼脂悬浮液按实验方法 10 次测定, 结果列于表 2。配置不同浓度锰标准系列琼脂悬浮液喷入火焰中测定, 观察其线性范围。结果表明, 锰浓度在 $0 \sim 12 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 内呈线性关系。线性回归方程为:

$$c = 17.864A - 0.781 \quad r = 0.9994$$

2.5 方法的准确性

准确称取 0.200 g 美味牛肝菌(20050713)和黑柄钵囊蘑(20050612)标准样品, 按实验方法进行测定, 结果见表 3。由表 1 可知, 本方法的回收率为 96.82 % 和 99.04 %, 平均回收率为 97.93 %, 用本法测试的数据可靠。

Table 2 Precision of method (n = 10)

实测值(Abs)	平均值(Abs)	SD/ %	RSD/ %
0.313 0.312 0.314 0.313			
0.314 0.308 0.309 0.314	0.312	0.21	0.67
0.312 0.313			

$c_{\text{Mn}} = 5.0 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$

Table 3 Recovery of the method (n = 5)

样品	标准值 / ($\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$)	测得值 / ($\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$)	回收率 / %
美味牛肝菌(20050713)	654.3 ± 26	644.7	96.82
黑柄钵囊蘑(20050612)	316.6 ± 19	315.8	99.04

2.6 样品分析结果

准确称取 0.200 g 样品按实验方法进行测定, 并与硝酸-高氯酸消化、锰 279.5 nm 灵敏线常规原子吸收法测定结果相比较, 对测定结果进行统计学处理, 经 t 检验, $p > 0.05$, 两种方法无显著性差异。结果列入表 4。

Table 4 Analytical results of samples

样品	本法 / ($\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$)	常规 AAS 法 / ($\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$)
美味牛肝菌(20050713)	2301.2	2279.1
黑柄钵囊蘑(20050612)	4875.3	4893.7

参 考 文 献

- [1] DENG Shi-lin, LI Xin-feng, ZHOU Ping(邓世林, 李新风, 周 平). Spectroscopy and Spectral Analysis(光谱学与光谱分析), 1996, 16(3): 106.
- [2] YUAN Zhi-neng, SHAN Xiao-quan, NI Zhe-ming(袁智能, 单孝全, 倪哲明). Environmental Chemistry(环境化学), 1987, 6(3): 32.
- [3] XU Man-ying, ZHAO Duo(徐曼英, 赵 多). Physical Testing and Chemical Analysis Part B: Chemical Analysis(理化检验-化学分册), 1987, 23(4): 203.
- [4] Hinds M W, Jackson K W. Analyst, 1985, 110: 497.
- [5] LIU Hong-wang, PAN Zhen-qiu, FENG Jia-li(刘红望, 潘振球, 冯家力). Spectroscopy and Spectral Analysis(光谱学与光谱分析), 1997, 17(3): 82.
- [6] HUANG Yuran, ZHOU Fang-qin, LONG Si-hua, et al(黄玉安, 周方钦, 龙斯华, 等). Spectroscopy and Spectral Analysis(光谱学与光谱分析), 2004, 24(2): 238.
- [7] CHEN Shi-zhong(陈世忠). Spectroscopy and Spectral Analysis(光谱学与光谱分析), 2003, 23(5): 993.
- [8] SONG Guang-sen(宋光森). Spectroscopy and Spectral Analysis(光谱学与光谱分析), 2005, 25(4): 570.
- [9] LIU Li-xing, LUAN Shu-bin, ZHANG Qi-kai(刘立行, 栾树斌, 张启凯). Spectroscopy and Spectral Analysis(光谱学与光谱分析), 1999, 19(3): 419.
- [10] LIU Li-xing, ZHANG Qi-kai, HU Yang(刘立行, 张启凯, 胡 洋). Spectroscopy and Spectral Analysis(光谱学与光谱分析), 1999, 19(3): 424.

Direct Determination of Manganese in Edible Fungi Using Suspension Sample Introduction and Hypo-Sensitive Wavelength by Flame Atomic Absorption Spectrometry

WANG Yuan-zhong¹, LI Tao², LIU Hong-gao^{3*}, LI Xing-kui³

1. Inmol Laboratory of Biotechnology, Kunming 650212, China

2. Yuxi Teacher's College, Yuxi 653100, China

3. Yunnan Agricultural University, Kunming 650201, China

Abstract A method for the direct determination of manganese in edible fungi using suspension sample introduction and hypo-sensitive wavelength by flame atomic absorption spectrometry (FAAS) was developed without chemical treatment. Agar sol was used as a suspending agent. Ground and sieved edible fungi sample was suspended homogeneously in the agar sol and introduced into air-acetylene flame, and manganese in the sample was determined directly. The results showed that the method was simple, and rapid with no interference. The linear range was $0\text{--}12\ \mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$. The relative standard deviation (RSD) was 0.67% and the recovery was 97%–99%. It has been applied to the determination of manganese in edible fungi, standard *boletus edulis* and *mel-anoleuca arcunta* samples, and satisfactory results were achieved.

Keywords Suspension sampling; Hypo-sensitive wavelength; Flame atomic absorption spectrometry; Edible fungi; Manganese

(Received Oct. 17, 2005; accepted Feb. 26, 2006)

* Corresponding author