

检测分析

微波消解 – 原子吸收法测定花生中 钙、镁、铜和锌的含量

叶国健

(东莞理工学院 生态环境与建筑工程学院, 广东 东莞 523808)

摘要:利用微波消解仪将花生消解,用原子吸收法测定去壳花生中钙、镁、铜和锌的含量。研究了微波消解条件对测定结果的影响。结果表明:用30%过氧化氢和浓硝酸作为消化液,工作曲线的相关系数在0.999 1~0.999 3之间,4种微量元素的加标回收率在96.51%~100.49%之间,检出限在0.125 1~0.750 1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 之间;菏泽去壳花生中钙、锌、镁、铜都有相对较高的含量。该方法具有方便快捷、准确可靠等优点,是花生中4种元素测定的理想方法。

关键词:微波消解;原子吸收;花生;微量元素

中图分类号:TS222;TQ646

文献标识码:A

文章编号:1003-7969(2018)03-0141-03

Determination of contents of Ca, Mg, Cu and Zn in peanut by microwave digestion – atomic absorption spectrometry

YE Guojian

(School of Environment and Civil Engineering, Dongguan University of Technology,
Dongguan 523808, Guangdong, China)

Abstract: The contents of Ca, Mg, Cu and Zn in the shelled raw peanut were determined by atomic absorption spectrometry with microwave digestion. The effects of microwave digestion conditions on determination result were studied. The results showed that using 30% H_2O_2 and concentrated HNO_3 as digestion solution, the correlation coefficients of the working curve, the recovery rates of standard addition of four trace elements and the limits of detection were 0.999 1 – 0.999 3, 96.51% – 100.49% and 0.125 1 – 0.750 1 $\mu\text{g}/\text{mL}$, respectively. The contents of Ca, Zn, Mg and Cu in the shelled raw peanut in Heze were higher. The method had the items of convenience, efficient and accuracy, which was an ideal method for the determination of four kinds of elements in peanut.

Key words: microwave digestion; atomic absorption spectrometry; peanut; trace element

花生是常见一年生的草本植物。现代医学认为花生含有较多的维生素,另外还含有多种氨基酸,几乎包括了人体内不能够自己合成的氨基酸。花生对多种营养不良的病症有食疗作用。花生可以用来榨油也可以作为副食,是家庭生活中常见的食材。花生中微量金属元素分析方法有原子荧光光谱法、原子吸收光谱法、分光光度法、火焰发生光谱法,其中原子吸收光谱法的干扰较少,信号较强,容易矫正和

消除干扰,可以精确测定金属含量和扣除背景干扰的信号^[1-4]。

目前对花生中微量元素分析的研究不多,不同地区的花生微量元素的含量差别不是很大。本文主要利用微波消解制成花生溶液,采用原子吸收法测定菏泽地区花生中钙、镁、铜和锌的含量。

1 材料与方法

1.1 实验材料

去壳花生(购于菏泽粮油店);30%过氧化氢(分析纯),浓盐酸(分析纯),浓硝酸(分析纯),锌粉(光谱纯),铜粉(高纯试剂),氧化镁(优级纯),碳酸钙(优级纯)。

收稿日期:2017-05-23;修回日期:2017-11-07

作者简介:叶国健(1979),男,实验师,研究方向为化工新型材料(E-mail)2430845558@qq.com。

电热恒温鼓风干燥箱,微波消解仪,WFX-120原子吸收分光光度计,高速万能粉碎机。

1.2 实验方法

1.2.1 标准溶液的配制

配制 120 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的锌标准溶液,98.8 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的钙标准溶液,100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的铜标准溶液,104 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的镁标准溶液,1% 浓硝酸溶液。

1.2.2 样品处理

随机取出 6 粒去壳花生,把花生放入万能粉碎机中粉碎,将粉碎的花生分别称取 3 份,依次是 0.458 0、0.451 9、0.436 3 g,编号为 1、2、3。在 3 个洁净的消解罐中放入样品,分别加入 5 mL 浓硝酸和 1 mL 30% 过氧化氢。此外,用同样的试剂和相同量的消化液,放入 1 个空白消解罐中^[5]。本实验采用温度主控的方法,装入消解罐中的消化液与待测样品混合,静置 30 min,再开始消解。消解程序运行结

束后,待消解罐中的温度降到室温时,关闭消解仪,取出消解罐,放于通风处,静置 30 min,得到浅黄绿色且透明的消解液。将消解液与洗涤液尽可能多地转移到 50 mL 容量瓶中,然后用 1% 浓硝酸定容,摇匀,过滤后^[6],备用。

1.2.3 仪器条件

1.2.3.1 微波消解的程序(见表 1)

表 1 微波消解程序

消解步骤	微波功率/W	消解时间/min	消解温度/°C
1	600	5	80
2	700	5	120
3	800	7	145

1.2.3.2 原子吸收分光光度计的工作参数

WFX-120 原子吸收分光光度计的火焰原子吸收,氘灯扣背景,测定花生中钙、镁、铜、锌含量的工作参数见表 2。

表 2 原子吸收分光光度计的工作参数

元素	光谱通带/nm	波长/nm	乙炔压力/MPa	空气压力/MPa	空气流量/(L/min)	乙炔流量/(L/min)	灯电流/mA	燃烧器高度/cm
Ca	1.2	422.7	0.08	0.3	6.5	1.5	4	6
Mg	1.2	285.2	0.09	0.3	7.7	1.2	5	6
Cu	1.2	324.7	0.08	0.3	7.0	1.0	4	6
Zn	1.2	213.9	0.09	0.3	6.0	1.0	4	6

2 结果与讨论

2.1 微波消解条件选择

实验的关键因素之一是对样品进行消化处理。微波消解中常用消化液有硝酸、盐酸、硝酸-过氧化氢等^[7]。实验发现硝酸、盐酸作为消化液时,消解得到的花生消解液透明度不如硝酸-过氧化氢混合消化液消解得到的花生消解液透明度高。因此,选择硝酸-过氧化氢作为消化液。对于消化液的用量上,通过对比 1 mL 30% 过氧化氢加 4 mL 浓硝酸、1 mL 30% 过氧化氢加 5 mL 浓硝酸、0.5 mL 30% 过氧化氢加 5 mL 浓硝酸,发现 1 mL 30% 过氧化氢加

5 mL 浓硝酸的消化液消解得到的花生消解液透明度更高,故选用 1 mL 30% 过氧化氢加 5 mL 浓硝酸作为消化液。实验采用温度主控的消解方式,在 120 °C 以上时一般可以使复杂有机体完全遭到破坏,因此在消解过程中第二步将温度提高到 120 °C 以上。但是温度过高容易对仪器造成负荷过大,损伤仪器^[8],也造成能源的浪费。故控制最高温度在 140 °C 左右。

2.2 4 种金属元素的线性方程和相关系数(见表 3)

从表 3 可以看出,钙、镁、铜、锌线性回归方程的相关系数大于等于 0.999 1,线性关系良好。检出限为 0.125 1~0.750 1。

表 3 钙、镁、铜、锌的线性方程、线性范围、检出限及相关系数

项目	Ca	Mg	Cu	Zn
线性方程	$y = 0.000\ 4x + 0.001\ 8$	$y = 0.007\ 7x + 0.030\ 8$	$y = 0.002\ 4x + 0.003\ 3$	$y = 0.000\ 8x + 0.002\ 6$
线性范围/ $(\mu\text{g}/\text{mL})$	4~14	5~15	2~12	3~15
相关系数	0.999 3	0.999 3	0.999 1	0.999 2
检出限/ $(\mu\text{g}/\text{mL})$	0.750 1	0.584 4	0.125 1	0.750 0

2.3 仪器的精密度

在仪器相对稳定的情况下,用蒸馏水作为基准溶液,对仪器进行调零。然后对标准空白进行了 7 次测定,仪器的精密度实验相对标准偏差为

1.02%~2.83%。

2.4 加标回收率

取 4 份 10 mL 花生样品液,放入 100 mL 容量瓶中,分别加入 1 mL 标准溶液,稀释到刻度摇匀。在

1.2.3.2的条件下测定吸光度,带入各自的回归方程计算各微量元素的含量,并计算加标回收率。结果得到Ca、Mg、Cu、Zn的加标回收率分别为99.99%、96.51%、100.03%、100.49%,准确度良好。

2.5 样品测定

菏泽去壳花生中4种金属元素含量的测定结果见表4。

表4 样品中4种金属元素含量的测定结果 mg/g

Ca	Mg	Cu	Zn
5.567 5	9.671 8	1.730 0	4.225 2

从表4可以看出,菏泽去壳花生中Ca、Mg、Cu、Zn含量较高。

火焰原子吸收虽然带来背景干扰,但是可以通过氘灯扣除背景,提高实验的准确度。每个地区的天然土壤中金属含量存在差异,生物富集程度不同^[9-15],也可能是菏泽地区人们经常使用钙镁磷肥等作为肥料,通过生物的富集作用,对花生中钙和镁元素的含量存在影响。

3 结论

实验采用微波消解-原子吸收法测定花生中钙、镁、铜、锌含量,4种元素的标准曲线的相关系数为0.999 1~0.999 3,检出限在0.125 1~0.750 1 μg/mL之间,回收率为96.51%~100.49%,仪器的精密密度实验相对标准偏差为1.02%~2.83%。菏泽去壳花生中铜、锌、钙、镁的含量相对较高,其中镁元素的含量最高,其次是钙。

参考文献:

- [1] 梁保安,蔡颖莹.微波消解-火焰原子吸收光谱法测定花生及饼粕中的微量元素[J].许昌学院学报,2011,30(2):90-94.
- [2] 于佳琦,许良,姜海霞,等.空气-乙炔火焰原子吸收光谱法测定抗风湿类蒙药中8种微量元素[J].药物分析杂志,2016,36(6):1006-1010.

- [3] 徐文军.微波消解火焰原子吸收光谱法连续测定金银花中铁、锌、铜和锰[J].分析实验室,2007,26(7):61-63.
- [4] 潘齐存,周朝生,蔡景波,等.微波消解-空气乙炔火焰原子吸收分光光度法测定紫菜中11种微量元素[J].浙江农业科学,2014(10):1596-1598.
- [5] 苏莉,包莉萍.微波消解-火焰原子吸收光谱法测定湖北延胡索中的金属元素含量[J].安徽农业科学,2015,43(8):45-46,49.
- [6] 魏秀莲,贾涛.原子吸收标准加入法检测硫酸锌中的铅[J].饲料检测,2012(1):78-79.
- [7] 张修景.微波消解样品-火焰原子吸收光谱法测定人发中10种微量元素[J].理化检验-化学分册,2012,48(6):653-656.
- [8] 熊海涛.微波消解样品-火焰原子吸收光谱法测定淡竹叶中痕量元素[J].理化检验-化学分册,2012,48(1):58-60,64.
- [9] 郭端阳,王克勤,李爱秀,等.火焰原子吸收光谱法测定拜耳法生产氧化铝赤泥中的钠[J].冶金分析,2012,32(1):52-55.
- [10] 可成友,朱孔儒,张译.火焰原子吸收分光光度计对纯化水硒含量测定[J].当代化工,2015,44(6):1432-1434,1437.
- [11] 李鹏飞.运用X射线荧光光谱仪测量土壤样品中的主次元素[J].世界有色金属,2017,16:252-253.
- [12] 赵通辉.论土壤重金属污染及生物修复研究进展[J].江西化工,2017(5):35-36.
- [13] 朱文舟,王俊坚,曾辉.森林火灾对土壤及水体重金属浓度水平的潜在影响研究进展[J].生态学杂志,2017(9):260-268.
- [14] 胡涛,ICP-MS测定土壤中的有色金属元素[J].世界有色金属,2017(12):216-217.
- [15] 孟庆玲,姜岩.再生水地下储存过程中金属元素的变化规律[J].环境工程,2017(6):49-53.

告
读
者

为更好地服务于广大读者,《中国油脂》杂志社常年办理《中国油脂》逾期补订和过刊订阅业务;常年办理油脂专业书籍邮购业务,书目、代号、价格请查阅近期《中国油脂》杂志社专业书籍征订广告。

订阅、邮购地址:西安市劳动路118号,《中国油脂》杂志社读者服务部
邮编:710082 电话:029-88653162 联系人:潘亚萍