

微波消解火焰原子吸收光谱法测定几种猕猴桃中铜和钙

陈仕海 (四川里伍铜业股份有限公司, 四川九龙 616200)

摘要 [目的]建立微波消解猕猴桃样品,FAAS法测定猕猴桃中的钙元素和铜元素含量的方法。[方法]以浓硝酸为溶剂,微波消解猕猴桃样品,标准曲线法测定,优化了样品消解条件和原子吸收测定的参数。[结果]测定表明,金艳、红阳、金果3种猕猴桃中的铜含量为0.058、0.076、0.063 mg/g,钙含量分别为1.812、1.530、1.539 mg/g,回收率为94%~106%,RSD为3.3%~4.7%。[结论]该测定方法简单可行、结果准确,可用于测定猕猴桃中的铜和钙含量。

关键词 火焰原子吸收光谱法;猕猴桃;微波;钙;铜

中图分类号 S663.4 文献标识码 A 文章编号 0517-6611(2014)27-09555-02

Determination of Ca and Cu Elements in Different Varieties of Kiwi Fruits by Microwave Digestion-FAAS

CHEN Shi-hai (Sichuan Liwu Copper Co. Ltd, Jiulong, Sichuan 616200)

Abstract [Objective] To establish a method of determination of calcium, copper in kiwi fruits by microwave digestion-flame atomic absorption spectrometry. [Method] The sample was diluted by microwave with HNO₃ and the contents were determined by calibration curve method. By performing a series of experiments on the parameters of digestion conditions and atomic absorption of samples, the optimal parameters of digestion conditions and atomic absorption were determined. [Result] The results of determination showed that the copper content in Jinyan, Hongyang and Jinguo were 0.058, 0.076 and 0.063 mg/g, respectively, and the calcium content were 1.812, 1.530 and 1.539 mg/g separately. Recoveries are 94% - 106% and RSD are 3.3% - 4.7%. [Conclusion] The method is feasible and the result is accurate, which can be used for determining copper and calcium content in kiwi fruits.

Key words FAAS; Kiwi fruits; Microwave; Calcium; Copper

猕猴桃富含V_C和V_E,具有延缓衰老的抗氧化功能,V_C更能够强化免疫系统,促进伤口愈合和对铁质的吸收,维持骨骼和牙龈的健康。猕猴桃中膳食纤维含量很高,有利于人们的肠道健康,也有利于降低体内血脂含量。猕猴桃富含的氨基酸,可抑制抑郁症,补充脑力所消耗的营养。此外,猕猴桃还含有对人体很重要的钙元素和铜元素^[1-2],铜元素是人体系统中一种独特而极为有效的催化剂,是人体细胞内许多酶类的必需成分^[3]。钙元素是人体骨骼、牙齿的重要组成部分,也是一些酶和辅酶的催化剂^[4]。笔者以金艳、金果和红阳3种不同品种猕猴桃为试验材料,采用微波消解-火焰原子吸收光谱法测量这3种猕猴桃中钙和铜含量。

1 材料与方法

1.1 材料

1.1.1 供试原料。金艳、金果和红阳3种猕猴桃均采于四川蒲江同一种植田,时间为2013年11月18日,在种植田挑选果实饱满、无机械损伤、无畸形和病虫害并且成熟度基本一致的猕猴桃。采摘后贴好标签以便以后区别。

1.1.2 主要仪器。原子吸收分光光度计,型号WFX-1F2B2,北京瑞利分析仪器厂;钙和铜空心阴极灯,北京瑞利分析仪器厂;温压双控微波消解仪及高压密封罐,型号WX-4000,上海屹尧分析仪器有限公司;台式干燥箱,型号202-00A,北京中兴伟业仪器有限公司;电子天平,型号HZF-A500,福州华志科学仪器有限公司;优谱系列超纯水器,型号UPT-I-20T,成都超纯科技有限公司。

1.1.3 主要试剂。钙、铜标准溶液:1 g/L,购于国家标准物质中心,待用时用超纯水稀释至50.0 μg/ml。过氧化氢,30% (分析纯),成都市科龙化工试剂厂;盐酸和硝酸均为优

级纯,氯化镉为分析纯。

1.2 方法

1.2.1 样品处理。将采摘到的样品,各取1/2放于烧杯中用刀切碎并记录鲜重。然后在烘箱中85℃条件下烘干12h,然后记录干重质量。取出烧杯中猕猴桃在研钵中研细。分别准确称取研细后的金艳、红阳、金果3种猕猴桃0.2g左右,置于不同的聚四氟乙烯高压密封消解罐中,用吸量管吸取6ml浓硝酸分别加入,然后放入微波消解仪中进行微波消解。消解完成后在消解液中各加入1ml30%过氧化氢,全部转入25ml容量瓶中,用超纯水定容到刻度。

1.2.2 样品分析。测定钙:用吸量管吸取样品溶液5ml放入50ml容量瓶中,用吸量管再吸取0.5ml20%氯化镉溶液放入,定容,用原子吸收分光光度计测定其吸光度。

测定铜:直接用消解后的样品溶液进样,用原子吸收分光光度计测定其吸光度。

2 结果与分析

2.1 微波样品消解条件选择 准确称取研细后的猕猴桃样品0.2g左右,置于聚四氟乙烯高压密封消解罐中,加入6ml浓硝酸,分别改变微波消解仪各步的温度、时间、压力,以消解所得溶液澄清透明为标准,得到的最佳微波消解的温度、时间、压力条件见表1。

表1 微波消解条件

步骤	温度/℃	压力/MPa	时间/min
1	100	0.5	4
2	140	1.0	4
3	180	1.6	4
4	210	2.3	5
5	250	2.5	5

2.2 原子吸收测定条件选择 采用固定几个条件而改变一

作者简介 陈仕海(1975-),男,四川康定人,工程师,从事质量检测工作。

收稿日期 2014-08-15

个条件的方法,对火焰原子吸收光谱分析法中的燃助比、燃烧器高度、灯电流等条件进行了试验,以确定最佳的仪器工作条件,结果见表2。

表2 仪器测定条件

元素	灯电流	乙炔流量	空气流量	燃烧器高度	波长	光谱带宽
	mA	L/min	L/min	mm	nm	nm
Cu	3	1.2	6	4	324.7	0.2
Ca	3	1.6	6	6	422.7	0.4

2.3 共存元素影响 据文献^[5],在火焰原子吸收光谱法测定铜、钙等元素时,一般不受共存元素的影响,在相对偏差小于±5%的情况下,2 000 倍的钾、2 000 倍的钠,对铜、钙等元素的测定不干扰。铜、钙浓度相差 300 倍时相互之间无干扰。

2.4 标准曲线的绘制

2.4.1 铜标准曲线的绘制。在7个分别编号的100 ml 容量瓶中,按编号依次加入已经稀释至50.0 μg/ml 的铜标准溶液0、0.5、1.0、1.5、2.0、2.5、3.0 ml,最后再各自加入15 ml 浓硝酸,用超纯水稀释至刻度,按最佳测定条件测定铜的吸光度。所得回归方程和相关系数为: $C(\mu\text{g/ml}) = 7.883A, r = 0.9987$ 。

2.4.2 钙标准曲线的绘制。分别在7个100 ml 容量瓶中加入吸量管加入20%氯化锶溶液1.00 ml、浓硝酸0.5 ml,再分别加入50.0 μg/ml 钙标准溶液0、1.00、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00 ml,用超纯水定容,在原子吸收分光光度计上测定各溶液的吸光度。所得回归方程和相关系数为: $C(\mu\text{g/ml}) = 8.74A, r = 0.99898$ 。

2.4 样品分析结果和加标回收试验 分别称取处理好的金艳、金果和红阳3种猕猴桃各6份样品,按上述微波消解方

式进行消解,按原子吸收测定方法进行测定。同时再称取金艳、金果和红阳3种猕猴桃各3份并加入一定量的钙、铜进行加标回收试验,结果见表3。

由表3可见,金艳、红阳、金果3种猕猴桃中,铜含量依次为0.058、0.076、0.063 mg/g,钙含量依次为1.812、1.530、1.539 mg/g,回收率为94%~106%,RSD为3.3%~4.7%。

表3 测定结果与回收试验

元素	品种	测得值	RSD	加入量	测得总量	回收率
		mg/g	%	mg/g	mg/g	%
Cu	金艳	0.058	3.5	0.025	0.082	96
	红阳	0.076	4.5	0.025	0.100	96
	金果	0.063	3.3	0.025	0.087	94
Ca	金艳	1.812	4.5	0.639	2.41	94
	红阳	1.530	4.7	0.587	2.15	106
	金果	1.539	3.3	0.639	2.14	94

3 结论

从试验结果可以看出,铜含量红阳>金果>金艳,钙含量金艳>金果>红阳。微波消解火焰原子吸收光谱法在样品消解时试剂用量少,引入的干扰比较小,消解快速,操作简便;FAAS测定的准确度高,结果可靠,方法的回收率为94%~106%,RSD为3.3%~4.7%。

参考文献

- 王夔. 生命科学中的微量元素分析与数据手册[K]. 北京:中国计量出版社,1998.
- 傅永怀. 微量元素与临床[M]. 北京:中国医药科技出版社,1997.
- 陈炳卿. 食品污染与健康[M]. 北京:化学工业出版社,2002.
- 李守淳. 无机元素在人体内的生物学作用[J]. 南昌教育学院学报,1999(3):50-54.
- 李述信. 原子吸收光谱分析中的干扰及其消除方法[M]. 北京:北京大学出版社,1987.
- ZHU S Q. Ichthyological survey of Lake Taihu during 2002-2003[J]. Journal of Lake Sciences,2004,16(2):120-124.
- 陈伟民,吴庆龙. 太湖生态系统结构与演化[M]. 北京:科学出版社,2004.
- HUANG X W. Layout and Integrated Management of Taihu Basin[M]. Beijing:China Water Resources and Hydropower Press,2000:1-20.
- YANG H R, XIE Z R, YANG D Y. Several change in Holocene and Evolution of Lake Taihu[M]. Beijing: Geological Publishing House,1985:49-64.
- 嘉兴市志编辑委员会. 嘉兴市志[M]. 北京:中国书籍出版社,1997.
- 黄国胜. 太湖污染忧思录[EB/OL]. http://www.fec.com.cn.
- LIU S Y, MA F, ZHANG J Q, et al. Studies on biodiversities in eutrophication process of landscaping water body in Northern China[J]. Acts Scientiae Circum Stantiate,2007,27(2):337-341.
- LI X P. Lake eutrophication research and control in USA[J]. Ziranazhi, 2002,24(2):63-68.
- HAILA Y. A conceptual genealogy of fragmentation research. Island biogeography to landscape ecology[J]. Ecology,2002(1):321-334.
- GRONMBRIDGE B. Global Biodiversity Status of the Earth Living Resources' Complied by the World Conservation Monitoring Centre [M]. Cambridge, U. K Chapman and Hall, London, 1992.
- 万晓军. 生境破碎化与生物多样性[J]. 中学生物学,2005(10):4-6.
- 李博. 普通生态学[M]. 北京:高等教育出版社,2002.

(上接第9517页)

- 浙江省统计局,国家统计局浙江调查总队. 2006年浙江省国民经济和社会发展统计公报[EB/OL]. 中华人民共和国国家统计局网站(http://www.stats.gov.cn).
- 江苏省统计局,国家统计局江苏调查总队. 2006年江苏省国民经济和社会发展统计公报[EB/OL]. 中华人民共和国国家统计局网站(http://www.stats.gov.cn).
- 太湖水利史稿编写组. 太湖水利史稿[M]. 南京:河海大学出版社,1993.
- (宋)范晔. 后汉书[M]. 北京:中华书局,1965.
- (晋)陈寿. 三国志[M]. 北京:中华书局,2007.
- (唐)房玄龄等. 晋书[M]. 北京:中华书局,1974.
- (唐)魏征等. 隋书[M]. 北京:中华书局,1973.
- (宋)欧阳修,宋祁. 新唐书[M]. 北京:中华书局,1975.
- (元)托托等. 宋史[M]. 北京:中华书局,1985.
- (明)宋濂等. 元史[M]. 北京:中华书局,1976.
- 匿名. 蓝藻给人一点颜色看看 专家:太湖事件是当头棒喝[EB/OL]. (2007-06-01). http://www.chinanews.com.cn/gn/news/2007/06-01/949037.shtml.
- 范西成,陆保珍. 中国近代工业发展史(1840-1927)[M]. 西安:陕西人民出版社,1991.
- 窦鸿身,濮培民,张圣照. 太湖开阔水域凤眼莲的放养试验[J]. 植物资源与环境,1995,4(1):54-60.