

微波消解-火焰原子吸收光谱法测定芋艿中矿质元素

方 勇

(金华职业技术学院,农业与生物工程学院,浙江 金华 321007)

摘要:为研究不同品种芋艿中金属元素和微量元素的含量,采用微波消解-火焰原子吸收光谱法测定不同品种芋艿中4种矿质元素含量。结果表明:不同品种芋艿中均含有丰富的Fe、Zn、Cu和Mn 4种矿质元素,且微量元素含量均表现为 $Fe > Zn > Cu > Mn$;其中Fe含量最高,为 $13.969\ 3 \sim 17.340\ 8\ \text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$;Zn含量次之,为 $4.966\ 5 \sim 5.631\ 9\ \text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ 。标准曲线相关系数为 $0.998\ 2 \sim 0.999\ 9$,加标回收率为 $98.666\ 7\% \sim 101.646\ 7\%$,标准偏差(RSD)小于2%。

关键词:芋艿;微波消解;原子吸收光谱法;矿质元素

中图分类号:TS254.7 **文献标识码:**A **文章编号:**1002-2767(2015)07-0121-03 **DOI:**10.11942/j.issn1002-2767.2015.07.0121

芋艿,俗称芋头、毛芋,为单子叶植物天南星科植物,在我国南方及华北各省均有栽培。近年来,关于芋艿营养丰富且富含维生素和矿物质元素的论述已有不少报道^[1-4]。特别是,芋艿中的微量元素以其生物学作用、生理功能和临床治疗的实用价值引起了人们的研究兴趣。本文采用微波消解-火焰原子吸收光谱法测定芋艿中微量元素,旨在建立一个准确、高效、多元素同时测定芋艿中矿质元素含量的分析方法,为进一步研究芋艿矿质元素与纠正微量元素缺乏间的关系及芋艿新产品开发的研究与开发提供理论基础。

1 材料与方 法

1.1 材 料

供试毛芋品种为红芽芋、白梗毛芋、槟榔芋,分别采自金华婺城白龙桥镇、宁波奉化松岙镇、福建太姥山。

供试仪器有TAS-968型原子吸收分光光度计(北京普析通用有限公司);Cu、Fe、Zn、Mn空心阴极灯(北京普析通用有限公司),各元素测定的仪器工作条件见表1;MDS-6微波消解仪(上海新仪微波化学科技有限公司),微波消解仪工作条件见表2。

表1 原子吸收分光光度计最佳仪器工作条件

Table 1 Atomic absorption spectrophotometer best instrument working conditions

元素 Elements	灯电流/mA Current	波长/nm Wave length	狭缝/nm Slit	空气流量/(L·min ⁻¹) Air flow	乙炔流量/(L·min ⁻¹) Acetylene flow	燃烧器高度/mm Burner height
Cu	3.0	324.8	0.5	8.0	1.8	6
Fe	4.0	248.3	0.2	15	2.2	8
Zn	3.0	213.9	0.5	15	2.2	6
Mn	3.0	279.5	0.2	15	2.2	6

试验用硝酸、盐酸和双氧水均为优级纯;试验用水均为离子交换树脂处理过的去离子水。

1.2 方 法

1.2.1 标准液配制 Cu、Fe、Zn 和 Mn 的标准

溶液($1\ \text{mg} \cdot \text{mL}^{-1}$)均购自国家标准物质研究中心(国家钢铁材料测试中心钢铁研究总院)。标样用逐步稀释法配制不同质量浓度的标准溶液系列,准确吸取一定量的标准储备溶液置于各100 mL容量瓶中,用 $0.1\ \text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 硝酸溶液定容至刻度,分别配制成Cu、Fe、Zn、Mn标准溶液为 $100\ \text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$,再用上述标准溶液配制各系列标准液,质量浓度分别为质量浓度分别为0、0.1、0.3、0.5、0.7、1 $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 。

收稿日期:2014-08-22

基金项目:浙江省自然科学基金项目(Y307485);金华市科技局自然科学基金项目(2009-4-283)

作者简介:方勇(1967-),男,浙江省永康市人,硕士,副教授,从事农业生态环境调控技术研究。E-mail: 384923404@qq.com。

器皿处理:实验用玻璃器皿均经 $6 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$

HNO_3 浸泡 24 h, 用去离子水冲净, 烘干备用。

1.2.2 样品含量测定 取一定量的待测样品于电热干燥箱中 80°C 烘至恒重, 再用手提式粉碎机粉碎后充分混匀, 放入干燥器中备用。称取 0.2 g 处理好的待测样品(称准至 0.0001 g), 放入聚四氟乙烯微波消解罐中, 分别加 6 mL 浓 HNO_3 、 3 mL 浓 HCl 和 0.25 mL H_2O_2 , 盖上罐盖, 将消化罐均匀对称放在微波炉内转盘上, 在表 2 条件下对待测样品进行消解。消解结束, 让消化罐自然冷却后开罐, 消解溶液透亮, 将消解液转移至干净的小烧杯中, 置于 90°C 水浴加热赶酸约 30 min , 冷却后将消解液全部洗入 100 mL 容量瓶中, 用 1% HNO_3 溶液定容至刻度, 摇匀, 贴上

表 2 微波消解仪工作条件

Table 2 Microwave digestion instrument working conditions

消解步骤 Digestion steps	压强/MPa Pressure	时间/min Time	功率/W Power
1	0.3	5	200
2	0.6	2	300
3	1.0	2	400
4	1.5	2	400
5	2.0	15	200

标签, 待测。按同样方法制备样品空白溶液,

表 4 芋艿块茎中微量元素加标回收率分析

Table 4 Analysis on recovery rate of trace element from *Colocasia esculenta* (L.) Schoot

元素 Elements	样品测定值 Determination	加入量 Addition	回收量 Recovery	回收率/% Recovery rate	标准偏差/% RSD
Cu	4.3213	3.0000	7.3315	100.3400	0.235601
Fe	13.9693	3.0000	17.0187	101.6467	0.156354
Zn	5.6319	3.0000	8.5919	98.6667	1.77664
Mn	3.2386	3.0000	6.2455	100.2300	0.324524

2.3 芋艿块茎中各微量元素含量分析

由表 5 可知, 不同品种芋艿中的所测定微量元素含量均呈现同一规律, 微量元素含量由高到低的顺序为 $\text{Fe} > \text{Zn} > \text{Cu} > \text{Mn}$, Fe 和 Zn 含量明显大于 Cu 和 Mn; 其中 Fe 平均含量最高, 为

备用。

1.2.3 精密度和准确度检验 以红芽芋为试材, 以 Cu、Fe、Zn、Mn 为测定指标, 研究该法的加标回收率和精密度(测定次数 $n=3$)。

2 结果与分析

2.1 标准曲线的绘制

按表 1 的仪器工作条件, 分别测定 Cu、Fe、Zn、Mn 的标准系列液, 绘制标准曲线, 算出各元素的线性方程, 相关系数。由表 3 可知, 芋艿块茎中 4 种微量元素的线性关系良好, 相关系数为 $0.9982 \sim 0.9999$ 。

表 3 标准曲线标准线性方程及相关系数

Table 3 Standard curve linear equation and correlation coefficient

元素 Elements	线性方程 Linear equation	相关系数 Correlation coefficient
Cu	$A=0.1532C-0.0024$	0.9998
Fe	$A=0.1591C-0.0012$	0.9998
Zn	$A=0.5339C+0.00730$	0.9982
Mn	$A=0.3046C+0.0014$	0.9999

2.2 精确度检验

试验结果表明(见表 4), 原子吸收法测定微量元素的回收率为 $98.6667\% \sim 101.6467\%$, 标准偏差(RSD)小于 2% 。表明测定方法具有良好的准确度和精密度。

$13.9693 \sim 17.3408 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$; Zn 平均含量次之, 在 $4.9665 \sim 5.6319 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$; Cu 平均含量在 $4.3213 \sim 4.9684 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$; Mn 平均含量最低, 在 $3.2386 \sim 3.7336 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ 。

表 5 不同品种芋艿中微量元素含量分析

Table 5 Analysis on trace element content of different *Colocasia esculenta* (L.) Schoot varieties

品种 Varieties	元素 Elements	含量/(mg·kg ⁻¹) Content				
		I	II	III	平均值 Average	RSD/ %
红芽芋	Cu	4.3283	4.3263	4.3093	4.3213	0.2416
	Fe	13.9974	13.9516	13.9589	13.9693	0.1762
	Zn	5.5118	5.6536	5.7304	5.6319	1.9686
	Mn	3.2255	3.2464	3.2439	3.2386	0.3524
白梗毛芋	Cu	4.7651	4.7134	4.7820	4.7535	0.7519
	Fe	15.3542	15.3731	15.3611	15.3628	0.0623
	Zn	4.9057	4.9429	5.0509	4.9665	1.5182
	Mn	3.6936	3.7141	3.7295	3.7124	0.4851
槟榔芋	Cu	4.9375	4.9867	4.9810	4.9684	0.5417
	Fe	17.3883	17.3844	17.2497	17.3408	0.4551
	Zn	5.4382	5.3319	5.4327	5.4009	1.1084
	Mn	3.7461	3.7254	3.7292	3.7336	0.2951

3 结论与讨论

火焰原子吸收光谱法在国家标准方法中已作为许多植物样品的主要测试手段,广泛应用于植物产品微量元素的测定。目前广泛应用的标准消解方法主要有马弗炉干法灰化法、压力消解消解法、过硫酸氨灰化法和湿法消解法等^[5]。植物样品的消化方法和过程对分析结果影响较大。本研究采用微波消解-火焰原子吸收光谱法测定芋艿块茎中 Cu、Fe、Zn 和 Mn 的含量,结果表明,本法简便、快捷、准确、灵敏度高、精密度好。供试的 3 个芋艿头品种中都含有 4 种所测微量元素,不同品种中 4 种微量元素含量的高低顺序相对一致,各品种元素高低顺序为 Fe>Zn>Mn>Cu, Fe、Zn 含量明显大于 Cu、Mn,其中 Fe 平均含量最高,在 13.969 3~17.340 8 mg·kg⁻¹;Zn 平均含量次之,在 4.966 5~5.631 9 mg·kg⁻¹;Cu 平均含

量在 4.321 3~4.968 4 mg·kg⁻¹;Mn 平均含量最低,也在 3.238 6~3.733 6 mg·kg⁻¹。同一种微量元素在不同品种之间的含量存在明显差异,表明不同品种对微量元素的需求或累积存在遗传差异,这为芋艿品种选育以及针对不同品种制定合理的栽培措施提供了科学依据。至于芋艿块茎中微量元素含量与其土壤母质及气候环境之间的确切关系还有待进一步研究。

参考文献:

- [1] 藤威,柳琪,黎秀卿,等.芋头蛋白质含量及氨基酸组成的分析与营养评价[J].莱阳农学院学报,1992,9(4):3-10.
- [2] 程元珍.芽芋品质分析及其芋泥的加工研究[D].合肥:合肥工业大学,2012.
- [3] 高艳菲.微量元素与人体健康[J].旅行医学科学,2008,14(2):3-4.
- [4] 吴美琴,颜崇淮.必需微量元素与儿童健康研究进展[J].广东微量元素科学,2008,15(12):1-5.
- [5] 赵虹桥,董爱文,朱炯波,等.爬山虎果实中微量元素的快速测定[J].中国林副特产,2005(1):2-3.

Mineral Elements Determination of *Colocasia esculenta* (L.) Schoot by Microwave Digestion-flame Atomic Absorption Spectrometry

FANG Yong

(College of Agricultural and Biological Engineering, Jinhua Polytechnic, Jinhua, Zhejiang 321007)

Abstract: In order to analyze the contents of metallic and trace elements in various species of *Colocasia esculenta* (L.) Schoot, four mineral elements of *Colocasia esculenta* (L.) Schoot were determined with microwave digestion-flame atomic absorption spectrometry. The results showed that 4 kinds of mineral elements in different varieties of *Colocasia esculenta* (L.) Schoot were rich in Fe, Zn, Cu and Mn. And trace elements content of different varieties content showed Fe>Zn>Cu>Mn. Fe content was the highest, at 13.969 3~17.340 8 mg·kg⁻¹; followed by Zn, the content was 4.966 5~5.631 9 mg·kg⁻¹. The correlation coefficient of standard curve was 0.998 2~0.999 9, the recovery rate was 98.666 7%~101.646 7%, the standard deviation (RSD) was less than 2%.

Keywords: *Colocasia esculenta* (L.) Schoot; microwave digestion; atomic absorption spectrometry; mineral elements