

FAAS 法测定不同产地油菜花粉中 13 种金属元素含量

常艳红^{1,2}, 薛国庆^{1*}, 宋海¹, 邸多隆³

1. 河西学院化学系, 西部资源环境化学重点实验室, 甘肃 张掖 734000
2. 天水师范学院生命科学与化学学院, 甘肃 天水 741001
3. 中国科学院兰州化学物理研究所, 甘肃 兰州 730000

摘要 采用先灰化、再经硝酸-高氯酸(V:V=4:1)常压微沸条件下消化油菜花粉样品, 应用火焰原子吸收法测定不同产地油菜花粉中的金属元素 K, Na, Ca, Mg, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, Mn, Cd, Cr 和 Pb 的含量。研究了测定不同元素的仪器最佳工作条件, 并作了方法的准确性和精密度的考察。结果表明: 山丹和景泰油菜花粉中 K, Na, Ca, Mg, Fe, Cu, Zn 和 Mn 的含量分别为 4 248.00, 75.77, 312.10, 856.61, 599.53, 8.78, 27.82, 22.54 $\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$ 和 7 585.75, 242.56, 287.88, 699.43, 1 020.65, 10.25, 40.44, 30.97 $\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$ 。Co, Ni, Cr, Cd 和 Pb 未检出。加标回收率为 95.22%~105.49%, 相对标准差(n=9)为 0.30%~5.00%。测定方法简单易行, 方便快捷。

关键词 火焰原子吸收法; 油菜花粉; 金属元素

中图分类号: O657.3 **文献标识码:** A **文章编号:** 1000-0593(2007)06-1235-04

引言

近年来, 微量元素以其巨大的生物学作用, 生理功能及临床诊疗的实用价值再次引起了人们的研究兴趣^[1,2]。蜜源植物花粉因其营养成分十分丰富, 可以提高机体的免疫功能、降低人类对疾病的易感性等特点在国际上被称为“完全型营养品”^[3]。随着人们对花粉营养品需求量的增加, 花粉研究越显重要, 但多集中在氨基酸、维生素、活性酶等有机成分研究^[4]。对不同产地同一蜜源植物花粉中金属元素含量的比较研究少有报道。本文利用火焰原子吸收光谱法测定了不同产地油菜花粉中 K, Na, Ca, Mg, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, Mn, Cd, Cr 和 Pb 共 13 种金属元素的含量, 并对样品处理方法, 仪器工作条件等因素进行了详细研究。

1 材料和方法

1.1 仪器和试剂

AA320CRT 原子吸收分光光度计(上海分析仪器总厂), 配置电脑数据采集处理系统; ZK-82A 型真空干燥箱(上海市实验仪器总厂); 标准口玻璃消化装置(北京玻璃仪器总厂); 电热套、玛瑙研钵等。HNO₃, HClO₄ 均为国产优级纯, 标准溶液由对应的基准金属或基准试剂配制, 按标准溶液配制方法配成待测成分含量为 1.000 0 mg·mL⁻¹ 的储备液, 测定

时稀释至所需浓度。标准溶液测定介质为 4% HNO₃ (ρ , 下同), 实验用水为三次蒸馏水, 所用玻璃仪器均依次经 HNO₃、自来水、蒸馏水、三次蒸馏水清洗, 4% HNO₃ 浸泡过夜备用。

1.2 原料

将来自甘肃景泰、山丹的油菜花粉颗粒置通风阴凉处自然风干, 分别置于 50~60 °C 真空干燥箱中干燥 120 h, 研碎后成为待测花粉。

1.3 供试品处理方法

称取上述不同产地待测花粉 5.0 g 各 3 份, 分别置于洗净的在 800 °C 箱式电炉中灼烧过的瓷蒸发皿中, 置电炉上灰化至不冒烟, 冷却后依次小心转入洗净的 250 mL 玻璃消化装置中, 用 40 mL 浓 HNO₃ 分 3 次洗涤瓷蒸发皿, 合并洗涤液于 250 mL 玻璃消化装置中, 静置 12 h 后加入浓 HClO₄ 10 mL 摇匀, 加热消化至溶液透明澄清, 蒸发至近干, 冷至室温, 加浓 HNO₃ 10 mL 及适量三次蒸馏水溶解消化产物并用三次蒸馏水定容于 250 mL 容量瓶中成为供试品溶液, 同时以相同步骤制备样品空白溶液 3 份待测。

2 结果与讨论

2.1 仪器工作条件

通过实验详细考察了 13 种待测元素的仪器工作条件,

收稿日期: 2006-05-10, 修订日期: 2006-08-20

基金项目: 甘肃省科技攻关项目(2GS035-A43-048-05)和甘肃省教育厅项目(0509-03)资助

作者简介: 常艳红, 女, 1964 年生, 天水师范学院生命科学与化学学院讲师 * 通讯联系人 e-mail: xuegq@hxy.edu.cn

并分别进行了优化选择,最佳仪器工作条件见表 1。

Table 1 Parameters in flame atomic absorption spectrometry

元素	波长/nm	狭缝/nm	灯电流/mA	乙炔流量/(L·min ⁻¹)	空气流量/(L·min ⁻¹)	PMT 电压/V	燃烧器高度/mm
Na	589.6	0.2	4	0.9	5.5	-336	6
K	766.5	1.4	4	0.9	5.5	-281	6
Mg	285.2	0.7	3	1.0	5.5	-261	6
Ca	422.7	0.7	6	1.1	5.5	-262	6
Mn	279.5	0.2	10	0.9	5.5	-368	6
Fe	248.3	0.2	10	0.9	5.5	-428	6
Co	240.7	0.7	10	0.9	5.5	-324	6
Ni	232.0	0.2	10	0.9	5.5	-475	6
Cu	324.7	0.7	4	0.9	5.5	-313	6
Zn	213.9	0.7	6	0.9	5.5	-326	6
Cd	228.8	0.7	8	0.9	5.5	-368	5
Cr	357.9	0.7	6	1.1	5.5	-310	6
Pb	283.3	0.4	4	0.9	5.5	-321	6

2.2 标准溶液浓度范围选择

分别配制不同浓度的金属离子标准溶液和供试品溶液同时在仪器最佳工作条件下测定吸光度值,以确定标准溶液浓度范围。进一步实验表明,在实验选定的浓度范围内,各元素浓度与吸光度均呈良好的线性关系,13 种元素之间同时测定无干扰。标准溶液浓度、线性回归方程及相关系数见表 2。

2.3 金属元素含量测定结果

测定结果表明,山丹和景泰油菜花粉中 K, Na, Ca, Mg, Fe, Cu, Zn 和 Mn 的含量分别为 4 248.00, 75.77,

312.10, 856.61, 599.53, 8.78, 27.82, 22.54 $\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$ 和 7 585.75, 242.56, 287.88, 699.43, 1 020.65, 10.25, 40.44, 30.97 $\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$ 。Co, Ni, Cr, Cd 和 Pb 未检出。所有测定结果均通过样品空白校正。结果计算方法为:元素含量($\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$) = 仪器测定平均值($\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$)($n=9$) $\times 250 \text{ mL} \div 5 \text{ g}$ 。因为 Co, Ni, Cd, Cr 和 Pb 未检出,故又进行了在最佳测定条件下 5 种元素的检出限实验,结果表明,Co, Ni, Cd, Cr 和 Pb 的检出限分别为 0.01, 0.01, 0.001, 0.003, 0.02 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ (3σ)。

Table 2 Standard solution series, regression equation and interrelated coefficient

元素	标准溶液浓度/($c_B/\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$)	线性回归方程	相关系数
Na	1.000 0, 2.000 0, 3.000 0, 4.000 0, 5.000 0	$A = 0.057 3c + 0.028 7$	0.999 0
K	1.000 0, 2.000 0, 3.000 0, 4.000 0, 5.000 0	$A = 0.032 5c + 0.009 3$	0.998 6
Mg	10.000 0, 20.000 0, 30.000 0, 40.000 0, 50.000 0	$A = 0.0248c - 0.019 0$	0.998 2
Ca	5.000 0, 10.000 0, 15.000 0, 20.000 0, 25.000 0	$A = 0.004 7c + 0.009 7$	0.999 9
Mn	0.200 0, 0.400 0, 0.600 0, 0.800 0, 1.000 0	$A = 0.229 4c + 0.000 2$	0.999 6
Fe	5.000 0, 10.000 0, 15.000 0, 20.000 0, 25.000 0	$A = 0.032 6c + 0.028 7$	0.999 9
Co	0.050 0, 0.100 0, 0.150 0, 0.200 0, 0.250 0	$A = 0.126 3c + 0.006 4$	0.996 8
Ni	0.100 0, 0.200 0, 0.300 0, 0.400 0, 0.500 0	$A = 0.097 8c + 0.008 1$	0.994 8
Cu	0.100 0, 0.200 0, 0.300 0, 0.400 0, 0.500 0	$A = 0.236 8c + 0.000 8$	0.999 8
Zn	0.200 0, 0.400 0, 0.600 0, 0.800 0, 1.000 0	$A = 0.649 6c + 0.020 3$	0.999 7
Cd	0.100 0, 0.200 0, 0.300 0, 0.400 0, 0.500 0	$A = 0.520 8c + 0.012 1$	0.998 2
Cr	0.100 0, 0.200 0, 0.300 0, 0.400 0, 0.500 0	$A = 0.042 1c + 0.003 2$	0.989 9
Pb	0.100 0, 0.200 0, 0.300 0, 0.400 0, 0.500 0	$A = 0.031 0c + 0.000 0$	0.999 3

2.4 测定方法的精密度、回收率实验

对不同产地供试品溶液各 3 份平行测定 9 次,用 9 次测定的平均值计算测定方法的 RSD。采用标准加入法测定各元素的回收率。具体步骤为准确移取不同产地花粉 3 份供试品溶液中的任意一份 25 mL,置于 50 mL 容量瓶中,加入待测元素标准溶液,使定容后标准溶液浓度与表 3 中标准加入值

一致,与该供试品溶液同时各测定三次,计算加标回收率。结果表明,各元素的回收率在 95.22%~105.49%之间,各元素测定精密度为 0.30%~5.00%。表明测定结果准确可靠,测定精密度符合要求。不同产地花粉测定结果见表 3 和表 4。

Table 3 Precision and recovery of the method(Shandan) ($\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$, $n = 9$) (样品测定值: $n=3$)

元素	Na	K	Ca	Mg	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Cd	Cr	Pb
测定平均值	1.515 4	0.849 6	6.241 9	17.132 2	0.450 8	11.990 6	—	—	0.175 6	0.556 5	—	—	—
RSD/%	1.85	4.30	1.14	1.10	0.53	0.78	2.72	2.48	1.82	0.71	2.66	2.26	1.64
样品测定值	1.481 7	0.856 2	6.175 0	17.208 9	0.474 0	12.701 2	—	—	0.166 3	0.556 8	—	—	—
标准加入值	1.000 0	1.000 0	3.000 0	10.000 0	0.200 0	5.000 0	0.200 0	0.200 0	0.100 0	0.200 0	0.200 0	0.200 0	0.200 0
理论值	1.740 8	1.428 1	6.087 5	18.604 4	0.437 0	11.350 6	0.200 0	0.200 0	0.183 2	0.478 4	0.200 0	0.200 0	0.200 0
加标测定值	1.836 4	1.399 6	6.183 6	17.962 4	0.444 5	10.808 0	0.195 6	0.203 6	0.185 6	0.461 5	0.205 0	0.204 8	0.202 6
回收率/%	105.49	98.00	101.58	96.55	101.72	95.22	97.80	101.80	101.31	96.47	102.50	102.40	101.30

注:表中 K 的测定值为供试液稀释 100 倍后测定值

Table 4 Precision and recovery of the method(Jingtai) ($\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$, $n = 9$) (样品测定值: $n=3$)

元素	Na	K	Ca	Mg	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Cd	Cr	Pb
测定平均值	4.851 1	1.517 2	5.751 6	13.988 7	0.619 4	20.413 0	—	—	0.205 0	0.808 8	—	—	—
RSD/%	0.72	1.28	1.93	1.40	1.16	0.30	5.00	2.68	1.54	0.98	2.44	2.16	1.62
样品测定值	4.861 0	1.502 1	6.012 6	13.443 6	0.594 1	20.705 6	—	—	0.209 6	0.795 8	—	—	—
标准加入值	2.000 0	1.000 0	3.000 0	5.000 0	0.300 0	10.000 0	0.200 0	0.200 0	0.100 0	0.300 0	0.200 0	0.200 0	0.200 0
理论值	4.430 5	1.751 0	6.006 3	11.721 8	0.597 0	20.352 8	0.200 0	0.200 0	0.204 8	0.697 9	0.200 0	0.200 0	0.200 0
加标测定值	4.511 1	1.696 6	6.185 7	12.112 0	0.576 5	19.786 0	0.202 0	0.198 8	0.206 6	0.684 0	0.201 0	0.192 8	0.203 5
回收率/%	101.82	96.89	102.99	103.33	96.57	97.22	101.00	99.40	100.88	98.00	100.50	96.40	101.75

注:表中 K 的测定值为供试液稀释 100 倍后测定值

3 结 论

研究中利用先灰化再经硝酸-高氯酸混酸消化,火焰原

子吸收法测定油菜花粉中金属元素含量的方法,具有准确度高,选择性好,多元素同时测定无干扰等特点。该方法所用仪器设备简单,操作简便,加标回收率在 95.22%~105.49%,RSD 在 0.30%~5.00%,方法简便可行。

参 考 文 献

- [1] XUE Guo-qing, LIU Qing, HAN Xiao-mei, et al(薛国庆,刘青,韩晓梅,等). Spectroscopy and Spectral Analysis(光谱学与光谱分析), 2006, 26(6): 1173.
- [2] XUE Guo-qing, LIU Qing, REN Xue-feng, et al(薛国庆,刘青,任雪峰,等). Spectroscopy and Spectral Analysis(光谱学与光谱分析), 2004, 24(11): 1461.
- [3] ZENG Zhi-jiang, YAN Wei-yu, WANG Kai-fa(曾志将,颜伟玉,王开发). Chinese Bulletin of Botany(植物学通报), 2002, 19(4): 488.
- [4] WANG Kai-fa(王开发). Nutritional Components of Pollen and Utilization of Natural Resources of Pollen(花粉营养成分与花粉资源利用). Shanghai: Fudan University Press(上海:复旦大学出版社), 1993. 37.

Determination of the Amount of 13 Metal Elements in the Rape Pollen from Different Regions by Flame Atomic Absorption Spectrophotometry

CHANG Yan-hong^{1,2}, XUE Guo-qing^{1*}, SONG Hai¹, DI Duo-long³

1. Department of Chemistry, Key Laboratory of Resources and Environment Chemistry of West China, Hexi University, Zhangye 734000, China
2. Life Sciences and Chemistry School, Tianshui Normal University, Tianshui 741001, China
3. Lanzhou Institute of Chemical Physics, Chinese Academy of Sciences, Lanzhou 730000, China

Abstract The objective of the present paper was to determine the amount of metal elements in the rape pollen from different regions by flame atomic absorption spectrophotometry (FAAS). FAAS method was established for the determination of K, Na, Ca, Mg, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, Mn, Cd, Cr and Pb in the rape pollen. The samples were incinerated and then digested with $\text{HNO}_3\text{-HClO}_4$ ($V:V=4:1$) at 90-95 °C and under normal pressure. In the meantime, the optimum parameters of FAAS and the effects of solution medium on the results were studied. The analytical results of K, Na, Ca, Mg, Fe, Cu, Zn and Mn rape

pollen from different habitats respectively were 4 248.00, 75.77, 312.10, 856.61, 599.53, 8.78, 27.82, 22.54 $\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$ and 7 585.75, 242.56, 287.88, 699.43, 1 020.65, 10.25, 40.44, 30.97 $\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$, while Co, Ni, Cd, Cr and Pb were not checked out in the samples. The results showed that the recovery of standard addition was 95.22%-105.49%, and the RSD($n=9$) was 0.30%-5.00%. The characteristic method is quick, simple and convenient, and the results are satisfactory.

Keywords FAAS; Rape pollen; Metal element

(Received May 10, 2006; accepted Aug. 20, 2006)

* Corresponding author

大型光电国际会议和展览将在中国举行

由中国光学学会和国际光学工程学会(SPIE)联合举办的 2007 亚洲光电子国际会议(Photonics Asia 2007)将于 2007 年 11 月 11—15 日在中国北京召开。会议共设如下 22 个专题。

PA01: High Power Lasers	Dianyuan Fan
PA02: Semiconductor Lasers and Applications	Hong Hou
PA03: Laser in Material Processing and Manufacturing	Shusen Deng, Xiao Zhu
PA04: Optics in Health Care and Biomedical Optics	Xingde Li, Qingming Luo
PA05: Quantum Optics and Applications in Computing and Communications	Guangcan Guo, Songhao Liu
PA06: LED Materials and Devices	Chuangtian Chen, Jian Wang
PA07: Advanced Materials and Devices for Sensing and Imagine	Anbo Wang, Yimo Zhang
PA08: Advanced Sensor Systems and Applications	Yun Jiang Rao, Yan Biao Liao, Gang Ding Peng
PA09: Nanophotonics, Nanostructure and Nanometrology	Xing Zhu,
PA10: Holography, Diffractive Optics and Applications	Yunlong Sheng, Dahsiung Hsu, Chong Xiu Yu
PA11: Electronic Imaging and Multimedia Technology	Liwei Zhou
PA12: Optical Design and Testing	Yongtian Wang
PA13: Advances in Optical Data Storage Technology	Guofan Jin
PA14: Infrared Technologies and Applications	Yi Cai, Haimei Gong
PA15: MEMS/MOEMS Technology and Applications	Zhaoying Zhou, Yuelin Wang
PA16: Information Optics and Photonics Technology	Guoguang Mu, Feijun Song
PA17: Optoelectronic Devices and Integration	Xuping Zhang, Hai Ming
PA18: Advanced Microlithography Technology	Jinfeng Kang; Jun-en Yao
PA19: Nonlinear Optics and Applications	Yiping Cui, Qihuang Gong
PA20: Terahertz Photonics	Chunlin Zhang,
PA21: Solar Energy Technology and Application	Yuwen Zhao, Nuofu Chen
PA22: Solid State Lighting	Jinmin Li, Ling Wu Yubo Fan

会议论文将通过专家审稿,录用的文章将收录到 SPIE 论文集中。所有论文摘要和论文需提交一份到国内电子邮箱 photoasia2007@gmail.com, 邮件主题按照如下格式编写:专题号码-作者中文姓名-论文标题。会议摘要的截稿日期:2007 年 6 月 5 日。本次会议国内联系人:

翟林:zhailin@hotmail.com Tel: 62641108, 13651149955

李翠玲:cuilingli@bit.edu.cn Tel: 68912564, 13521121045

丁伯瑜:dingboyu@sohu.com Tel: 68912564, 13661197335

通信地址:100081 北京海淀区中关村南大街 5 号,北京理工大学光电工程系

收件人:李翠玲 丁伯瑜

会议网站:www.spie.org(论文作者可以登陆该网站进行在线投稿),www.coscn.org(会议的中方网站)。