

# 超声消解火焰原子吸收光谱法测定大米中的锌

屈兰竺, 鲁绪会<sup>\*</sup> (安康学院化学化工系, 陕西安康 725000)

**摘要** [目的]探索超声消解火焰原子吸收光谱法测定大米中锌含量的效果。[方法]采用超声波方法对大米样品处理后再进行碳化酸溶消解法消化试样,用火焰原子吸收光谱仪测定锌的含量。[结果]超声波消解大米的最佳条件为超声 20 min、固液比 1:6 和硝酸:高氯酸=3:3。将滤渣按上述条件再次消解,测其吸光度值非常小,说明大米粉消解很完全。与碳化酸溶消解法比较,超声消解火焰原子吸收光谱法的效果更好,RSD 为 1.362%。[结论]采用均匀试验设计进行超声波结合碳化酸溶消解-火焰原子吸收光谱法测定大米中锌的含量,简便,快速,准确,是一种比较理想的方法。

**关键词** 超声消解火焰原子吸收光谱法;大米;锌

中图分类号 Q657.31 文献标识码 B 文章编号 0517-6611(2009)04-01414-02

## Detection of Zinc in Rice by Ultrasonic Dispelling Flame Atomic Absorption Spectrometry

QU Lan-zhu et al (Department of Chemistry and Chemical Industry, Ankang University, Ankang, Shaanxi 725000)

**Abstract** [Objective] The aim was to explore the effect of using ultrasonic dispelling flame atomic absorption spectrometry to detect the zinc content in rice. [Method] After the rice samples were treated by the ultrasonic wave, the tested samples were digested by carbonized-acid-dissolution method and the zinc content was detected by flame atomic absorption spectrophotometer. [Result] The optimum condition for digesting rice by ultrasonic wave was that ultrasonic for 20 min, ratio of solid to liquid of 1:6 and the nitric acid: perchloric acid of 3:3. The filter residue was digested again according to the above condition and the detected absorbance value was small, which showed that the digestion of rice power was complete. Compared with the carbonized-acid-dissolution method, the effect of ultrasonic dispelling flame atomic absorption spectrometry was better and its RSD was 1.362%. [Conclusion] The method of combining ultrasonic wave with carbonized-acid-dissolution- flame atomic absorption spectrometry designed according to uniform experiment was a more ideal method to detect the zinc content in rice and it was convenient, quick and accurate.

**Key words** Ultrasonic dispelling flame atomic absorption spectrometry; Rice; Zinc

20 世纪 50 年代生化学家斯特兰就发现,在给予已有实验性伤口的大白鼠的食料中加入锌元素,有明显促进伤口愈合的作用。随后临床实践表明,给某些手术病人补锌,切口愈合明显加快。现已证实,微量元素之一的锌虽在人体内含量极少,却是体内分布最广泛的微量元素。锌具有促进皮肤、骨骼、性腺器官的发育;参与神经细胞的轴突传递过程,维持神经活动兴奋性;协同胰岛素增强机体组织吸收葡萄糖的能力,改善糖尿病症状;补锌可改善味觉减退;另外,口腔炎、类风湿性关节炎也与体内缺锌有关。更重要的是,锌有抗癌作用<sup>[1]</sup>。因此锌是人体生命活动必需的微量元素之一,了解各种食物中含锌量,有意识地选择含锌量高的天然食品是补充人体锌的首选途径。粮食中含有大量有机物,单用混酸不能消解完全,笔者采用超声波方法对大米样品处理后再进行碳化酸溶消解法<sup>[2]</sup>消化试样,用火焰原子吸收光谱仪测定其锌的含量与加混酸放置过夜碳化酸溶消解法进行了比较,结果表明,用超声最佳时间处理大米样品的方法操作简便,提高了样品处理速度,结果令人满意。

## 1 材料与方 法

**1.1 仪器与试剂** AA 320CRT 型原子吸收分光光度仪(上海精密科学仪器有限公司);BS-224S 型赛多利斯电子天平(德国赛多利斯集团);SY2200-T 型超声波清洗机(上海声源超声波仪器设备有限公司);FW80 型微型高速万能试样粉碎机(河北黄骅齐家务科学仪器厂);DZKW-4 电子恒温水浴锅(黄骅卸甲渤海电器厂);FW80 型微型高速万能试样粉碎机(河北黄骅齐家务科学仪器厂);SY2200-T 型超声波清洗机

(上海声源超声波仪器设备有限公司)。硝酸(优级纯);高氯酸(优级纯);实验用水为三重蒸馏水。锌标准溶液:用高纯金属锌按常规方法配成 1.000 mg/ml 贮备液,临用前用此液逐级释释成锌的标准系列溶液。

研究对象:市售大米,用水洗净烘干备用。

## 1.2 试验方法

**1.2.1 仪器工作条件。**波长 213.89 nm,光谱带宽 0.7 nm,灯电流 7 mA,燃烧器高度 5 mm,乙炔流量 0.9 L/min,空气流量 5.0 L/min,乙炔压力 0.06 MPa,空气压力 0.06 MPa。

**1.2.2 样品处理。**精确称取 5.000 g 样品粉碎并过 80 目筛,经 80 ℃ 烘 3 h 凉至室温,取同一大米粉试样若干份分别置于多个 100 ml 烧杯中,各加入一定体积一定比例的混酸(硝酸:高氯酸)浸泡 10 min。方法 1:经超声一定时间后直接在电热板上加热消解 2 h;方法 2:即刻在电热板上加热消解 2 h;方法 3:放置过夜次日放在电热板上加热消解 2 h。后续程序相同:取下冷却,加入混酸溶液,继续在电热板上加热消解,部分样品碳化,补加少量高氯酸,加热,碳化颗粒由棕黑-红棕-棕黄-淡黄直至完全溶解。继续加热赶酸至近干,加去离子水溶解定容至容量瓶中,备用。

## 2 结果与分析

**2.1 标准曲线** 准确移取一定体积的锌标准使用液于 5 个 50 ml 容量瓶中,分别定容配制成 0.05、0.10、0.15、0.20、0.25 μg/ml 的锌标准溶液。在选定的仪器工作条件下测定吸光度,计算得到其回归方程为:  $A = 0.0395 C + 0.0033$ ,  $r = 0.9998$ 。

**2.2 超声处理样品法最佳条件的选择** 对样品进行超声时间、固液比和混酸比 3 个因素 5 个水平均匀设计试验(表 1),优化最佳消解条件。

结果表明(表 2),制样条件是超声 20 min、固液比 1:6、硝

作者简介 屈兰竺(1962-),男,陕西安康人,讲师,从事仪器分析研究。<sup>\*</sup>通讯作者,高级实验师,E-mail:luzhuhui1324@163.com。

鸣谢 杨松杰博士对该文英文部分给予指导。

收稿日期 2008-11-12

酸:高氯酸 = 3:3 处理⑦锌得率最高,为 0.001 5%。将滤渣按上述条件再次消解,测其吸光度值非常小,说明大米粉消解完全<sup>[3]</sup>,为超声波消解大米的最佳条件。

表 1 因素水平  
Table 1 Factor levels

因素 Factor	超声时间//min Ultrasonic time	固液比//W/V Solid-liquid ratio	混酸比//V/V Mixed acid ratio//V/V
1	5	1:2	5:1
2	10	1:4	4:2
3	15	1:6	3:3
4	20	1:8	2:4
5	25	1:10	1:5

2.3 样品测定结果 依据上述均匀设计试验得到的条件,每种处理的溶液用原子吸收光谱仪平行测定 6 次,结果表明(表 3),方法 1,即称量后的样品加 30 ml 混酸,经过超声 20 min,直接在电热板上加热碳化酸溶解处理过的大米样品锌含量平均值、回收率最高,相对标准偏差 RSD 最小,比方法 2、3 省时,

表 3 不同处理方法测定结果比较

Table 3 The results and comparison among different treatments

处理 Treatment	样品质量//g Sample quality	混酸比//V/V Mixed acid ratio	固液比 Solid-liquid ratio	加混酸体积//ml Volume with the mixed acid	超声时间//min Ultrasonic time	锌含量 mg/kg Zinc content	回收率//% Recovery	RSD//%
方法 1 Method 1					20	15.663 8	99.37	1.362
方法 2 Method 2	5.000	3:3	1:6	30.0	0	13.245 4	96.22	1.754
方法 3 Method 3					0	14.880 6	98.48	1.483

简便,快速,准确。

参考文献

[1] 严秀辉. 微量元素锌在体内物质代谢中的作用[J]. 安徽卫生职业技术学院学报, 2006, 5(2): 89-90.

是一种较好的测定大米锌含量的消解样品方法。

表 2 按 U<sub>10</sub>(10<sup>3</sup>) 均匀设计方案的试验结果

Table 2 Experiment and results of U10(103) even designing plan

处理 Treatment	超声时间//min Ultrasonic time	固液比//W/V Solid-liquid ratio	混酸比//V/V Mixed acid ratio	锌得率//% Zinc obtainment rate
1	5	1:4	4:2	0.001 0
2	5	1:6	2:4	0.001 1
3	10	1:10	5:1	0.000 9
4	10	1:2	3:3	0.001 0
5	15	1:4	1:5	0.001 1
6	15	1:8	5:1	0.000 9
7	20	1:6	3:3	0.001 5
8	20	1:10	1:5	0.001 4
9	25	1:2	4:2	0.001 0
10	5	1:8	2:4	0.001 4

3 结论

试验结果表明,采用均匀试验设计进行超声波结合碳化酸溶解-火焰原子吸收光谱法测定大米中锌的含量,方法

[2] 周兆平. 火焰原子吸收光谱法测定粮食中锌的含量[J]. 光谱实验室, 2007, 24(1): 17-18.

[3] 朱远平, 牟利辉. 紫外分光光度法测定金柑柚皮中总黄酮的含量[J]. 嘉兴学院学报: 自然科学版, 2007, 25(6): 51-52.

(上接第 1411 页)

分析的规定。因此,该方法可作为一种快速、简便的有机氯和拟除虫菊酯类农药残留检测分析技术,适合基层单位对未知农药残留多的快速检测,为农药中毒提供高效的检测手段,具有广泛的应用前景。

参考文献

[1] 陈宗懋. 欧盟茶叶农残标准新变化和应对措施[J]. 中国茶叶, 2003 (3): 6-7.

[2] 陈宗懋. 解读世界各国制订的茶叶中农药最大残留限量(MRL)标准及其应对措施[J]. 中国植保导报, 2007, 27(9): 30-33.

[3] 冯雨晨. 中国饮料市场—2001 年茶饮料市场现状及消费行为分析[J]. 广东茶业, 2002(2): 10-13.

[4] 李宇. 欧盟撤销硫丹登记对我国茶叶出口影响的分析[J]. 农药, 2007, 46(6): 428-430.

[5] 董金斌, 王金花, 卢晓宇, 等. 气相色谱-质谱法测定茶叶中 42 种残留农药[J]. 北京化工大学学报: 自然科学版, 2007, 34(5): 472-476.

[6] 沈伟健, 徐锦忠, 杨雯莹, 等. 两种离子源技术气相色谱-质谱法检测茶叶中酰胺类除草剂的残留量[J]. 色谱, 2007, 25(5): 753-757.

[7] 林竹光, 金珍, 刘勇, 等. GC-NCI-MS 分析茶叶中 17 种有机氯和拟除虫菊酯类农药残留[J]. 高等化学学报, 2005, 26(12): 2218-2222.

[8] 丁慧瑛, 鲍晓霞. 茶叶中 7 种拟除虫菊酯类农药残留量的检测方法[J]. 分析测试学报, 2000, 19(6): 31-34.

[9] 易军, 李云春. 茶叶中多种农药残留的气相色谱法测定[J]. 厦门大学学报, 2002, 41(3): 334-339.

[10] 中华人民共和国农业部. NY/T761. 2—2004 农业行业标准. 蔬菜和水果中有机氯类、拟除虫菊酯类农药多残留检测方法[S]. 北京: 中国标准出版社, 2004.

[11] 王立, 汪正范, 牟世芬, 等. 色谱分析样品处理[M]. 北京: 化学工业出版社, 2001, 84-97.

[12] CAI, LH, JUN X, LI D, et al. Application of polyphenylmethylsiloxane coated fiber for solid-phase microextraction combined with microwave-assisted extraction for the determination of organochlorine pesticides in Chinese teas [J]. J Chromatogr A, 2003, 1015: 11-21.

[13] 高倩, 花日茂, 汤锋, 等. 中药材农药残留研究现状[J]. 安徽农业科学, 2008, 36(23): 10147-10151.

[14] 李建军, 朱莉萍. 蔬菜及其制品中农药残留测定方法的探讨[J]. 安徽农业科学, 2007, 35(33): 10579-10580.

[15] 程定玺, 高曼. 荧光法测定有机磷农药残留总量的条件优化研究[J]. 安徽农业科学, 2008, 36(30): 13015-13017.

[16] 周刚, 丁伟. 农产品中菊酯类农药残留降解动态研究进展[J]. 安徽农业科学, 2008, 36(5): 1939-1941.

[17] 薄尔琳, 于基成, 曹远银. 超临界流体萃取技术在农药残留分析中的应用[J]. 安徽农业科学, 2006, 34(15): 3743-3744, 3746.

[18] 隋吴彬. 中药材中多种有机磷农药残留量测定方法研究[J]. 安徽农业科学, 2008, 36(5): 1942-1943.

[19] 杨生权, 马芳. 果蔬农药残留降解方法研究进展[J]. 安徽农业科学, 2008, 36(6): 2506-2508.

[20] 赵斯奇, 阎肃. 农药残留检测技术[J]. 安徽农业科学, 2008, 36(10): 4176-4178, 4192.