

夏从芳,张龙旺,白 玮,等. 微波灰化-ICP-MS 法测定傣药肾叶山蚂蝗中的金属元素[J]. 江苏农业科学,2013,41(11):342-344.

# 微波灰化-ICP-MS 法测定傣药 肾叶山蚂蝗中的金属元素

夏从芳,张龙旺,白 玮,罗 雯,叶艳青

(云南民族大学化学与生物技术学院/民族药资源化学国家民委-教育部重点实验室,云南昆明 650500)

**摘要:**以微波灰化法为预处理手段,ICP-MS 法快速测定傣药肾叶山蚂蝗中 Pb、Cu、Na、Mg、Ca 5 种金属元素含量,探讨了微波灰化条件对肾叶山蚂蝗中金属元素测定的影响。采用微波灰化法将样品灰化,灰烬用硝酸溶解,超纯水定容,优化仪器条件后,测定样品液中各金属元素含量。此方案空白值小,可控制基体效应,消除样品溶液与标准溶液酸度之间的误差。试验结果表明,仪器条件优化后,方法检出限在 0.011~0.025 μg/L 之间,相对标准偏差 RSD 为 1.13%~8.13%,加标回收率为 90.82%~111.2%。与传统方法相比,该方法具有操作简单、适应性强、灵敏度高的优点,适合作为肾叶山蚂蝗中金属元素含量测定的分析方法。

**关键词:**微波灰化;ICP-MS;肾叶山蚂蝗;金属元素

**中图分类号:**0657.3;R284.2 **文献标志码:**A **文章编号:**1002-1302(2013)11-0342-02

傣药肾叶山蚂蝗是豆科植物肾叶山蚂蝗 [*Desmodium renifolium* (Linn.) Schindler] 的干燥根。肾叶山蚂蝗为多年生匍匐性草本,广泛分布于亚洲热带地区,包括我国的安徽、浙江、江西、福建、广东、广西、四川、贵州、云南、台湾等地,澳洲热带亦有分布。它具有清热解热、止咳化痰、通气止痛、利水退黄、补气增性的功效,可用于治疗热季感冒、咽喉肿痛、咳嗽喘息、胆汁病出现的黄疸、体弱多病、性冷淡等<sup>[1]</sup>。肾叶山蚂蝗中有益金属元素含量会影响其药效,而有害金属元素的含量则影响其使用的安全性和可用性。有关肾叶山蚂蝗的研究极少,因此,建立准确、灵敏、快速测定肾叶山蚂蝗中金属元素含量的分析方法很是必要。微波灰化法与传统灰化法相比有灰化速度快、耗能少的优点<sup>[2-5]</sup>,与湿法消解相比有取样量大、省时、简便、试剂用量少的优点<sup>[6]</sup>。目前金属元素的分析方法中,ICP-MS 法因具有较高的准确度、灵敏度和非常低的检出限而广受推崇<sup>[7-11]</sup>。因而,用微波灰化-ICP-MS 法测定肾叶山蚂蝗中的金属元素含量,可以综合微波灰化和 ICP-MS 的优点,以达到快速准确分析、节能环保的目的。

## 1 材料与方法

### 1.1 仪器与设备

ELAN DRC II 型 ICP MaSS(美国 PE 公司);CEM Phoenix  
收稿日期:2013-04-28  
基金项目:国家自然科学基金(编号:51062018);国家民委科研项目(编号:12YNZ006);云南民族大学绿色化学与功能材料研究省创新团队(编号:2011HC008);云南省高校绿色化学新能源与材料科技创新团队(编号:2011UY09);云南民族大学化学与生物技术学院研究生创新项目(编号:11HXYJSZ4);云南民族大学本科创新项目(编号:2011HX15)。  
作者简介:夏从芳(1990—),女,云南丽江人,硕士研究生,研究方向分离分析科学。E-mail:xcf816403@126.com。  
通信作者:叶艳青,硕士,教授,主要从事分离分析和现代仪器分析化学的教学和科研工作。E-mail:yey-qing@163.com。

微波灰化系统(美国培安科技公司);CENTRA-S200 实验室级超纯水器(ELGA Labwater);电子分析天平(METTLER TOLEDO)。

### 1.2 供试材料与试剂

Pb、Cu、Na、Mg、Ca 标准储备液,浓度均为 1 000 mg/L(美国 PE 公司);浓硝酸,优级纯;实验室用超纯水。肾叶山蚂蝗购于云南省西双版纳傣族自治州民族医药研究所,用超纯水洗净,干燥,粉碎后密封保存于干燥器中备用。

### 1.3 试验方法

1.3.1 ICP-MS 仪器参数设定 按表 1 设定 ICP-MC 仪器各参数。

表 1 ICP-MC 仪器参数

参数	设定值	参数	设定值
雾化器流量(L/min)	0.82	助燃气流(L/min)	1.20
等离子体流量(L/min)	11	透镜电压(V)	6.75
射频功率(W)	1 100	模式电压(V)	-1 850
脉冲电压(V)	950	扫描模式	峰值跳跃扫描模式
驻留时间(ms)	50	扫描次数	20
积分时间(ms)	1 000	重复次数	3

1.3.2 样品处理 样品处理:准确称取 0.200 0 g 样品放入 30 mL 瓷坩埚进行灰化。灰化程序:20 min 内升温到 350 ℃停留 1 min,再 20 min 升温到 500 ℃保持 15 min,灰化完全后移出坩埚,冷却至室温。灰化后样品用 1 mL 硝酸溶解,并用超纯水转移定容至 50 mL,摇匀待测。

1.3.3 标准曲线的测定 准确吸取各标准储备溶液,用 5% 硝酸稀释,配制成相应元素不同质量浓度的系列溶液。标准 Cu 溶液系列浓度为 1.0、10.0、20.0、30.0、50.0 μg/L;Pb 溶液系列浓度为 0.25、1.0、2.0、10.0、20.0 μg/L;Na、Ca、Mg 标准溶液系列浓度为 1 000、5 000、10 000 μg/L。以 5% 硝酸作为空白,在优化的试验条件下,使用 ICP-MS 采集空白及标准溶液系列,仪器自动绘制标准曲线。

2 结果与分析

2.1 灰化条件筛选

灰化温度和灰化时间是影响灰化效果的关键因素。温度过低,灰化不完全;温度过高,尽管灰化速度加快,但能源浪费、回收率下降。灰化时间不足,灰化不完全;灰化时间过长,易造成元素损失,同时使样品处理时间增长。比较不同灰化程序(图 1),选择灰化程序 3 为样品灰化条件。不同灰化程序回收率结果如表 2。

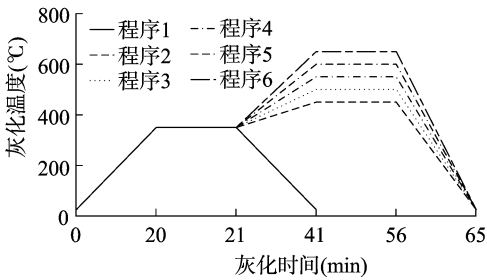


图1 灰化程序筛选

表 2 不同灰化程序回收率

灰化程序	样品质量 (g)	灰化完全程度	回收率(%)				
			<sup>208</sup> Pb	<sup>64</sup> Cu	<sup>23</sup> Na	<sup>24</sup> Mg	<sup>43</sup> Ca
程序 1	0.200 0	不完全	82.37	96.80	83.03	128.20	121.0
程序 2	0.200 0	完全	108.40	87.80	99.00	87.00	116.0
程序 3	0.200 0	完全	98.12	87.90	100.30	97.40	105.0
程序 4	0.200 0	完全	92.35	114.00	111.30	101.40	103.0
程序 5	0.200 0	完全	80.01	120.00	78.65	89.60	107.0
程序 6	0.200 0	完全	74.22	77.32	64.79	123.60	108.1

为验证样品称样量对灰化效果的影响,分别准确称取 0.1、0.2、0.5、1.0、2.0、4.0 g 系列样品,采用灰化程序 3 灰化样品,不同称样量灰化回收率如表 3。从表 3 看出,部分样品

灰化完全,部分样品灰化不完全。为使实际测量浓度匹配工作曲线线性范围,选择 0.2 g 为样品称样量,含量差异较大的样品可以根据实际情况增减。

表 3 样品不同称样量对回收率的影响

称样质量 (g)	灰化完全程度	回收率(%)				
		<sup>208</sup> Pb	<sup>64</sup> Cu	<sup>23</sup> Na	<sup>24</sup> Mg	<sup>43</sup> Ca
0.1	完全	97.82	96.57	101.3	100.00	109.0
0.2	完全	98.26	88.73	100.0	97.31	104.7
0.5	完全	87.00	86.60	119.0	94.00	101.0
1.0	完全	92.35	96.81	121.0	118.00	88.0
2.0	不完全(加酸不能完全溶解)					
4.0	不完全(加酸不能完全溶解)					

2.2 同位素的选择和 DRC 模式

在质谱测定中,多数元素都有同位素,为避免同位素的影响,根据丰度大、干扰小、灵敏度高的原则,本试验选择了待测定元素的同位素分别为<sup>208</sup>Pb、<sup>64</sup>Cu、<sup>23</sup>Na、<sup>24</sup>Mg、<sup>43</sup>Ca。测定 Na、Ca、Mg 等元素时,由于含量过高会影响准确性,仪器可以通过 DRC 模式修正 Rpa,定量降低仪器对这些元素的灵敏度,既可提高测定的准确度和检出限,又可对仪器起到保护作用。

2.3 线性关系考察

优化条件,绘制工作曲线,测定标准空白溶液 12 次,计算检出限,结果如表 4。

2.4 精密度和准确度试验(加标回收试验)

准确称取样品 6 份,按上述方法平行测定,计算测定结果

的相对标准偏差(RSD)。另取 5 份平行样品,每天测定,计算测定结果 RSD(表 5),验证方法的精密度。为了检验该方法的准确性及可靠性,进行加标回收率试验。取 4 份样品,每份 0.2 g,其中 3 份每份分高、中、低 3 个浓度加入元素标准溶液,按“2.2”节的方法进行处理并进行含量测定,结果(表 6)

表 5 精密度验证试验结果

元素	日间测定浓度(μg/g)					RSD (%)
	样品 1	样品 2	样品 3	样品 4	样品 5	
<sup>208</sup> Pb	1.770	1.805	1.572	1.655	1.583	6.35
<sup>64</sup> Cu	7.915	8.500	7.727	7.817	7.892	3.83
<sup>23</sup> Na	505.0	507.5	457.9	490.1	483.1	4.10
<sup>24</sup> Mg	1 369	1 415	1 490	1 359	1 419	3.69
<sup>43</sup> Ca	4 874	5 075	5 461	4 920	4 906	4.83

表 6 准确度及精密度验证试验结果

元素	回收率(%)			RSD (%)
	低浓度	中浓度	高浓度	
<sup>208</sup> Pb	90.88	97.16	92.32	7.52
<sup>64</sup> Cu	97.22	90.82	99.68	8.13
<sup>23</sup> Na	96.54	99.03	102.4	1.37
<sup>24</sup> Mg	111.2	97.60	99.87	1.13
<sup>43</sup> Ca	109.5	110.8	107.2	2.34

表 4 线性回归方程及相关系数(n=12)

元素	线性回归方程 (C)	相关系数 (r)	线性范围 (μg/L)	检出限 (μg/L)
<sup>208</sup> Pb	y = 17.758 5x	r = 1.000 0	0.5 ~ 20	0.019
<sup>64</sup> Cu	y = 24.121 6x	r = 0.999 9	0.5 ~ 10 000	0.011
<sup>23</sup> Na	y = 1 215.05x	r = 0.999 5	2 ~ 10 000	0.024
<sup>24</sup> Mg	y = 832.248x	r = 0.999 9	2 ~ 10 000	0.025
<sup>43</sup> Ca	y = 302.754x	r = 0.999 5	2 ~ 10 000	0.021

吴云良,赵伟,林勇,等. 苏北草鸡肌肉脂肪酸组分的气相色谱分析[J]. 江苏农业科学,2013,41(11):344-345.

# 苏北草鸡肌肉脂肪酸组分的气相色谱分析

吴云良<sup>1</sup>, 赵伟<sup>1</sup>, 林勇<sup>1</sup>, 庄从平<sup>2</sup>

(1. 江苏省农业科学院畜牧研究所, 江苏南京 210014; 2. 江苏省盐城市盐都区康庄生态养殖专业合作社, 江苏盐城 224043)

**摘要:**应用气相色谱技术对苏北草鸡肌肉脂肪酸组分进行分析,并计算各脂肪酸的相对含量。苏北草鸡肌肉中共分离和鉴定出 15 种脂肪酸,其中饱和脂肪酸 7 种,包括月桂酸、肉豆蔻酸、棕榈酸、十七烷酸、硬脂酸、花生酸和二十四烷酸,相对含量分别为 0.027 3%、0.484 0%、23.505 7%、0.192 0%、9.661 3%、0.162 0%、1.583 0%;不饱和脂肪酸 8 种,包括豆蔻油酸、棕榈油酸、油酸、亚油酸、亚麻酸、二十碳四烯酸、二十碳五烯酸、二十二碳六烯酸,相对含量分别为 0.116%、2.252 7%、28.409 7%、17.443 7%、0.450 0%、8.905 0%、0.149 3%、0.926 0%。多不饱和脂肪酸相对含量为 27.874%,必需氨基酸相对含量为 26.798 7%。

**关键词:**苏北草鸡;肌肉脂肪酸;气相色谱技术

**中图分类号:** O657.7<sup>+</sup>1

**文献标志码:** A

**文章编号:** 1002-1302(2013)11-0344-02

脂肪酸是构成脂肪的重要化学物质,它的种类和组成是决定脂肪组织理化性质、影响肉质风味的重要因素,也是评价肌肉营养价值的主要指标之一<sup>[1]</sup>。苏北草鸡是江苏省优质地方家禽,外形美观,肉质鲜美,风味独特,肉蛋营养价值丰富,深受广大消费者青睐<sup>[2]</sup>。但是,由于苏北草鸡至今还未被正式列入我国地方鸡种范畴,因此对于苏北草鸡的科学研究工作几乎还处于空白状态。本研究通过测定苏北草鸡肌肉中脂肪酸组分的相对含量,并与前人测定结果作比较,旨在了解苏北草鸡肌肉中脂肪酸的组成及优势,为进一步探究家禽脂肪酸组分与肉质风味、营养价值评定提供理论参考。

收稿日期:2013-05-29

基金项目:江苏省农业科技自主创新资金[编号:CX(09)706]。

作者简介:吴云良(1981—),男,江苏苏州人,硕士,助理研究员,从事家禽育种和生态养殖研究。Tel:(025)84390732;E-mail:ylwu05461@126.com。

通信作者:赵伟(1963—),男,江苏无锡人,研究员,从事家禽育种和生态养殖研究。Tel:(025)84390732;E-mail:njndxu82@sina.com。

表明,肾叶山蚂蝗中含有丰富的 Na、Mg、Ca,本方法的精密度( $RSD = 1.13\% \sim 8.13\%$ )和准确度(回收率 90.82%~111.2%)较高,适合肾叶山蚂蝗中金属元素的含量测定与分析。

## 参考文献:

- [1] 云南省食品药品监督管理局. 云南省中药材标准:第三册 傣族药[M]. 昆明:云南科学技术出版社,2009:89.
- [2] 马越,唐新忠,丁恬甜. 微波灰化分析在油品金属含量前处理中的应用[J]. 分析测试技术与仪器,2010,16(3):206-208.
- [3] 贺兵,王璐,苏钟璧,等. 微波灰化-原子荧光光谱法测定卷烟纸中 As 含量[J]. 安徽农业科学,2011,39(11):6507-6508.
- [4] 林培喜,陈东华,揭永文,等. 微波灰化 ICP-AES 法测定竹笋中的微量金属元素研究[J]. 食品工业科技,2011,32(4):389-390,393.

## 1 材料与方法

### 1.1 材料

苏北草鸡 30 羽(母鸡,12 周龄),由江苏省盐城市盐都区康庄生态养殖专业合作社提供。

### 1.2 方法

1.2.1 测定方法 采用胸肌取样,取 1.5g 胸肌肉样烘干后粉碎、研磨,用甲醇、三氯甲烷提取肉样脂肪,经甲酯化处理后,用气相色谱法(岛津 GC-14B)测定脂肪酸相对含量。样品的测定工作均在江苏省农业科学院农畜产品优质安全研究中心完成。

1.2.2 统计方法 测定的各种脂肪酸含量均是样品中脂肪酸的相对含量,试验数据的统计分析采用 Excel 2003 和 SPSS 11.5 软件。

## 2 结果与分析

### 2.1 脂肪酸组成及相对含量

本试验测定 30 羽苏北草鸡肌肉脂肪酸含量,共测定出 15 种脂肪酸,其组成及相对含量见表 1。由表 1 可知,苏北草

- [5] 陈宸,牛佳佳. 微波灰化-火焰原子吸收法测定纸张中的镉含量[J]. 河北农业科学,2011,15(2):159-161.
- [6] 贺兵,王璐,苏钟璧,等. 微波灰化-原子荧光光谱法测定卷烟纸中镉[J]. 理化检验:化学分册,2012,48(3):280-282.
- [7] 李晓念,陈幸,李彬. 川芎中重金属元素镉含量测定的研究进展[J]. 广东微量元素科学,2010,17(10):8-11.
- [8] 汪琼,徐增莱,吕晔. 微波消解 ICP-MS 法测定冬虫草中 30 种无机元素的含量[J]. 江苏农业科学,2013,41(2):269-270.
- [9] 吕彩云. 重金属检测方法研究综述[J]. 资源开发与市场,2008,24(10):887-890,898.
- [10] 施意华,杨仲平,宋慈安,等. 电感耦合等离子体质谱法测定铜矿区 20 种植物中的金银[J]. 光谱学与光谱分析,2012,32(5):1387-1390.
- [11] Beauchemin D. Inductively coupled plasma mass spectrometry[J]. Analytical Chemistry,2010,82(12):4786-4810.