

# 微波消解 - 等离子体发射光谱法测定 野生山葡萄中的金属元素

肖振林, 刘玉静, 王 敏

(渤海大学化学化工学院环境科学系, 辽宁 锦州 121000)

**摘 要:** 对野生山葡萄样品采用  $\text{HNO}_3\text{-H}_2\text{O}_2$  消解体系进行微波消解处理制样, 用等离子体发射光谱仪(ICP-AES)同时测定野生山葡萄样品中 Pb、Ni、Cu、Zn、Cd、As、Mo、Se、Ca、Mg、Al、Mn、Fe 和 K 共 14 种金属元素的含量, 该方法的加标回收率在 95%~102.8% 范围内, 相对标准偏差(RSD)为 0.28%~1.88% (小于 2%), 结果可靠, 此方法消解样品快速、简便、完全。检测方法省时、准确可靠、精密度高, 适用于同类样品金属元素含量的准确测定。

**关键词:** 野生山葡萄; 微波消解; 等离子体发射光谱法; 金属元素

## Determination of Heavy Metals in Wild Grapes by Microwave Digestion-ICP-AES

XIAO Zhen-lin, LIU Yu-jing, WANG Min

(Department of Environmental Science, School of Chemistry and Chemical Engineering, Bohai University, Jinzhou 121000, China)

**Abstract:** An analytical method for the simultaneous determination of 14 heavy metal elements (Pb, Ni, Cu, Zn, Cd, As, Mo, Se, Ca, Mg, Al, Mn, Fe and K) in wild grapes was proposed using microwave digestion followed by inductively coupled plasma atomic emission spectroscopy (ICP-AES) measurement. Sample preparation was achieved by digestion with  $\text{HNO}_3\text{-H}_2\text{O}_2$  in a microwave system. The recoveries of the 14 elements from a sample from Benxi region, Liaoning province were obtained between 95% and 102.8%, with a relative standard deviation (RSD) of less than 2% ranging from 0.28% to 1.88% as reliable results. The method proposed in this study has the benefits of rapidity, simplicity, safety, time saving, and high accuracy and precision and also is suitable for determining heavy metal elements in similar samples.

**Key words:** wild grapes; micro-wave digestion; inductively coupled plasma atomic emission spectroscopy (ICP-AES); heavy metals

中图分类号: O657.3; TS255.2

文献标识码: A

文章编号: 1002-6630(2011)10-0153-03

山葡萄分布于辽宁、吉林、黑龙江、山西、山东、河北等地, 含丰富的蛋白质、碳水化合物、矿物质和多种维生素, 生食味酸甜可口, 富含浆汁, 是美味的山间野果。经科研部门检验证实, 野生山葡萄中含有多种维生素, 18 种游离的氨基酸以及碘、锶等 20 多种人体必需的微量元素和每克含量高达 910 个单位的 SOD 抗衰老元素, 具有抗疲劳、增强免疫功能、治疗心血管疾病的作用<sup>[1-5]</sup>, 并且是酿葡萄酒的最佳原料。所酿的葡萄酒酒色深红艳丽, 风味品质甚佳, 是一种良好的饮料。高压微波消解是目前较先进的前处理方法, 该方法利用高压消解和微波快速加热, 具有消解速度快、样品消解完全、回收率高等优点<sup>[6-9]</sup>。等离子体发射光

谱法有可同时测定多种元素的优点<sup>[10-13]</sup>, 检测方法省时、准确可靠、精密度高。本实验采用上述方法测定了野生山葡萄中的 Pb、Ni、Cu、Zn、Cd、As、Mo、Se、Ca、Mg、Al、Mn、Fe 和 K 共 14 种金属元素含量, 结果表明, 该方法快速、简便、数据准确可靠, 该方法对利用野生山葡萄的饮料行业的食用价值提供了一定参考, 并可作为同类样品的检测方法。

## 1 材料与方 法

### 1.1 材料与试剂

野生山葡萄样品, 采摘于辽宁本溪(2009 年 8 月末)。Pb、Ni、Cu、Zn、Cd、As、Mo、Se、Ca、Mg、

收稿日期: 2010-07-26

基金项目: 辽宁省教育厅科学技术研究项目(2009A033)

作者简介: 肖振林(1952—), 男, 高级实验师, 本科, 研究方向为环境生态科学。E-mail: hxxxzl@yahoo.com.cn

Al、Mn、Fe 和 K 标准储存液(1000mg/L) 北京有色金属研究院。质量分数分别为 68% 的  $\text{HNO}_3$  和 30%  $\text{H}_2\text{O}_2$  均为优级纯。实验用水为二次去离子高纯水。

## 1.2 仪器与设备

VISTA-MPX ICP-AES 等离子体发射光谱仪 Varian 公司; MDS22003F 型微波消解仪 上海新仪微波化学科技有限公司; BS110S 型电子分析天平 北京赛多利斯天平有限公司。

## 1.3 方法

### 1.3.1 样品的处理

山葡萄用二次去离子高纯水洗净, 晾干除去蒂、核后粉碎, 研磨成匀浆状。准确称取 0.3000g 的样品于微波消解仪消解罐中, 再加入浓硝酸 5mL 浸泡 20min, 然后加入 30% 过氧化氢 4mL, 摇匀后在微波消解仪中消解 5min 使其消解完全, 然后将消解后的透明溶液转移至 50mL 容量瓶内, 用 5% 的稀硝酸反复清洗消解容器, 清洗液合并到容量瓶中, 再用质量分数为 5% 的稀  $\text{HNO}_3$  定容后作为待测液。同时制备 2 份空白样品待测。

### 1.3.2 谱线的选择

元素谱线按检出限低、灵敏度高、干扰元素少等原则选择, 本实验选用的谱线见表 1。

### 1.3.3 仪器的工作条件

调节仪器至最佳工作条件为: 雾化器压力 120.0kPa; 雾化器流速 0.8L/min; 载气流速 12L/min; 冷却气流速 0.7L/min; 辅助气流速 0.2L/min; 泵流量 1.0L/min。稀释待测液到测定范围, 对样品溶液、标准溶液、空白溶液依次进行测定。

## 2 结果与分析

### 2.1 样品处理条件

通过反复实验工作表明, 样品的量采用 0.3000g, 质量分数分别为 68% 的  $\text{HNO}_3$  5mL 和 30%  $\text{H}_2\text{O}_2$  4mL, 加入浓  $\text{HNO}_3$  后浸泡 20min, 无需过夜<sup>[1]</sup>。消解时间 5min, 消解液清澈透明, 样品消解完全。

### 2.2 样品的测定结果

按 1.3.3 节的工作条件, 对处理好的野生山葡萄样品进行测定, 测定结果见表 2, 测定值为 5 份平行样品的平均值。

### 2.3 方法精密度

按上述方法制备 5 份平行样品, 分别测定样品中 14 种金属元素的含量, 求出 5 份样品中每种金属元素含量的平均值( $C_{\text{平}}$ )及相对标准偏差(RSD), 以检测测定结果的精密度, 精密度在 0.28%~1.88% 之间, 结果见表 3。

表 1 样品中金属元素谱线

Table 1 Wavelengths of spectral line for 14 heavy metals

元素	Pb	Ni	Cu	Zn	Cd	As	Mo	Se	Ca	Mg	Al	Mn	Fe	K
波长/nm	358.352	232.104	324.653	213.256	228.302	386.163	208.130	206.014	306.853	283.213	396.149	278.486	346.162	415.361

表 2 样品中金属元素测定结果( $n=5$ )

Table 2 Heavy metal contents in a sample from Benxi region ( $n=5$ )

元素	Pb	Ni	Cu	Zn	As	Mo	Se	Cd	Ca	Mg	Al	Mn	Fe	K
测定值/( $\mu\text{g/g}$ )	0.006	0.218	4.182	16.249	0.012	1.861	0.273	—	1276.528	432.58	58.278	43.286	127.14	816.501

注: —. 未检出。下同。

表 3 样品的分析结果及相对标准偏差( $n=5$ )

Table 3 Precision of the method ( $n=5$ )

元素	Pb	Ni	Cu	Zn	As	Mo	Se	Cd	Ca	Mg	Al	Mn	Fe	K
$C_{\text{平}}/(\mu\text{g/mL})$	0.006	0.218	4.182	16.249	0.012	1.861	0.273	—	1276.528	432.58	58.278	43.286	127.14	816.501
RSD/%	1.64	1.27	0.84	0.62	1.09	0.38	1.04	1.88	0.28	0.96	0.72	0.81	0.68	0.57

表 4 样品加标回收率的测定( $n=5$ )

Table 4 Recoveries of 14 heavy metals from spiked sample ( $n=5$ )

元素	Pb	Ni	Cu	Zn	As	Mo	Se	Cd	Ca	Mg	Al	Mn	Fe	K
测定值/( $\mu\text{g/mL}$ )	0.001	0.019	0.042	0.162	0.001	0.021	0.008	—	12.863	0.428	0.616	0.457	1.283	8.240
加标量/( $\mu\text{g/mL}$ )	0.001	0.020	0.050	0.200	0.001	0.020	0.010	0.001	10.000	0.500	1.000	0.500	2.000	10.00
加标测定值/( $\mu\text{g/mL}$ )	0.0019	0.038	0.091	0.360	0.0019	0.039	0.0181	0.001	23.510	0.932	1.620	0.961	3.290	18.160
回收率/%	95.00	97.44	98.91	99.44	95.00	97.50	100.56	100	102.80	100.43	100.24	100.41	100.21	99.56

## 2.4 样品加标回收率实验

在样品溶液中加入一定量的标准, 并进行样品溶液的加标回收率测定, 根据测定结果计算回收率, 结果见表4。回收率在95%~102.8%范围内。

## 3 结 论

采用高压微波消解, 等离子体发射光谱法测定野生山葡萄中金属元素含量, 加标回收率在95%~102.8%范围内, 相对标准偏差(RSD)为0.28%~1.88%, 小于2%, 结果可靠, 此法消解样品快速、简便、完全。检测方法省时、准确可靠、精密度高, 适用于水果、蔬菜等同类样品金属元素含量的准确测定。野生山葡萄中Zn、Mo、Se、Ca、Mg、Mn、Fe、K含量丰富, 而Pb、Ni、Cu、Al、As含量很低, Cd未检出。山葡萄饮料是人类饮用佳品<sup>[14]</sup>。本实验研究测定了成熟野生山葡萄中金属元素含量, 对利用野生山葡萄酿酒等饮料加工行业生产提供了科学依据。

## 参考文献:

- [1] 张耀荣. 值得开发的野生植物: 山葡萄[J]. 市场分析, 2003(9): 62-63.
- [2] 沈育杰, 赵淑兰, 杨义明, 等. 我国山葡萄种质资源研究与利用现状

[J]. 特产研究, 2006(3): 53-57.

- [3] 张兰杰, 辛广, 王艳丽. 山葡萄籽和皮中原花青素类SOD活性的测定[J]. 食品科学, 2009, 30(7): 72-74.
- [4] 宫霞, 钱正强, 赵榕, 等. 中国野生葡萄属资源研究与利用现状[J]. 中外葡萄与葡萄酒, 2010(5): 75-79.
- [5] 邹瑜. 野生毛葡萄种质资源及利用研究进展[J]. 广西农业科学, 2008(5): 664-667.
- [6] 李茵萍, 关明, 杜为军, 等. 微波消解-火焰原子吸收法测定新疆野蔷薇果中金属元素[J]. 食品科学, 2010, 31(8): 143-145.
- [7] 迎春, 苏都, 肖海梅, 等. 微波消解-火焰原子吸收法测定豌豆中的微量元素锰、锌、铜、铁的含量[J]. 广东微量元素科学, 2008, 15(2): 67-69.
- [8] 杨屹, 候翔燕, 王书俊, 等. 微波消解-AAS法测芦荟中微量元素锌、锰、镉、铅[J]. 光谱学与光谱分析, 2004, 24(12): 1672-1675.
- [9] 周玉珊, 张西玲, 汪荣斌, 等. 微波消解-火焰原子吸收光谱法测定秦艽和麻花秦艽中多种微量元素[J]. 光谱学与光谱分析, 2008, 28(5): 1172-1175.
- [10] 范华锋. ICP-AES法对葡萄酒中几种元素的测定与结果分析[J]. 中国卫生检疫杂志, 2002, 12(4): 451-452.
- [11] 任建林, 周桂花, 林枫, 等. 葡萄酒中铁和锌含量的测定[J]. 石油化工应用, 2007(1): 54-55.
- [12] 秦磊, 王铭, 王贵生. 山葡萄果实发育及营养物质含量动态的研究[J]. 特产研究, 2008(4): 37-39.
- [13] 张金生, 董媛, 李丽华. 微波等离子体炬原子发射光谱法测定葡萄酒中的铅[J]. 食品与发酵工业, 2005, 31(9): 87-89.
- [14] 宋润刚, 艾军, 李晓红, 等. 中国山葡萄产业的发展及对策[J]. 中外葡萄与葡萄酒, 2009(11): 64-69.