

芦荟中铬·汞·砷·铅·镉·铜·锌含量的测定

周建青 (青海师范大学化学系, 青海西宁 810008)

摘要 [目的] 测定新鲜芦荟中铬、汞、砷、铅、镉、铜和锌元素的含量。[方法] 采用具有压力控制系统的MARS5型微波消解系统消解芦荟样品,用双道原子荧光法测定砷、汞,用石墨炉原子吸收法测定铬,用全谱直读电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)测定铜、锌、铅、镉。[结果] 各元素在芦荟中的含量均较少。[结论] 微波消解法处理芦荟样品,具有快速、简便、节省试剂、消解完全等特点。

关键词 微波消解; 芦荟; ICP-AES; 重金属

中图分类号 S682.33 文献标识码 A 文章编号 0517-6611(2008)27-11807-02

Content Determination of Cr, Hg, As, Pb, Cd, Cu and Zn in Aloe vera L.

ZHOU Jianqing (Department of Chemistry, Qinghai Normal University, Xining, Qinghai 810008)

Abstract [Objective] The research aimed to determine the content of Cr, Hg, As, Pb, Cd, Cu and Zn elements in fresh Aloe vera L. [Method] The samples of A. vera were digested by using MARS5 microwave digestion system with pressure control system. The content of As and Hg were determined by double tracts atomic fluorescence spectrometry. Cr content was determined by graphite furnace atomic absorption spectrometry. The content of Cu, Zn, Pb and Cd were determined by full spectrum direct-reading inductance coupling plasma atomic emission spectrometry. [Result] The content of all the elements in A. vera were less. [Conclusion] Treating the samples of A. vera by microwave digestion method has the characteristics of being fast, simple, the economical reagent, complete digestion and so on.

Key words Microwave digestion; Aloe vera L.; ICP-AES; Heavy metals

芦荟是常绿多肉质百合科草本植物,叶簇生,呈座状或生于茎顶,常披针形或叶短宽,边缘有尖齿状刺;花序为伞形,色呈红、黄或具赤色斑点;原产于非洲热带干旱地区,现在几乎遍及世界各地;其药用价值很高,具有抗菌、消炎、止血、健胃、强心活血、清热解毒、抗肿瘤及润湿美容等功效。现已被广泛应用于医药、保健、美容等方面,还可食用^[1]。笔者采用具有压力控制系统的MARS5型微波消解系统消解芦荟样品,在测定芦荟消解样品中各重金属元素含量时,采用不同的测定方法,快速、准确得到结果。

1 材料与方

1.1 仪器 MARS5型微波消解系统(美国培安公司),全谱直读电感耦合等离子体原子发射光谱仪(IRIS Intrepid XSP,美国热电公司),原子荧光光度计(AFS 9120,北京吉天仪器有限公司),M6MK2型原子吸收光谱仪(美国热电公司)。

1.2 材料、试剂 芦荟为购于兰州蔬菜大棚的新鲜食用库拉索芦荟。盐酸、硝酸、氢氧化钠、铬、汞、砷、铅、镉、铜、锌均为优级纯,试验用水为去离子水。

1.3 试验方法

1.3.1 各仪器工作条件的选择。微波消解系统(MARS5)测量功率为600 W;POWER为100;升温时间为10 min;控制压力为400 Pa;最高温度为160 ;消解时间为15 min。

石墨炉原子吸收法测定铬时,原子吸收光谱仪的工作参数中波长为429.0 nm,狭缝宽度(通带)为0.5 nm,灯电流为75 mA,乙炔流量为2 L/min,空气流量为10 L/min,注射温度为25 。ICP-AES法测定铜、锌、铅、镉时的工作条件为:射频功率1150 W,雾化器压力25.0 Pa,辅助气流3445 Pa;冷却气流量14 L/min,工作频率27.12 MHz;积分时间:低波10 s,高波5 s。AFS法测定砷、汞时双道原子荧光光度计工作条件见表1。

表1 原子荧光光度计的工作条件

Table 1 The working conditions of atomic fluorescence spectrometer

元素 Element	原子化高 度 mm Atomization height	灯电流 mA Lamp current	载气流 量 L/min Carrier gas flow	屏蔽气流 量 L/min Shield gas flow
As	10	60	200	600
Hg	10	20	200	600

1.3.2 标准溶液的配制。镉标准贮备液:准确称取金属镉0.5000 g溶于少量HCl(1+1)中,再用HCl(1+99)定容至500 ml。铜标准贮备液:准确称取金属铜0.5000 g溶于少量HNO₃(1+1)中,再用HNO₃(1+99)定容至500 ml。铅标准贮备液:准确称取金属铅0.5000 g溶于少量HNO₃(1+3)中,再用水定容至500 ml。铬标准贮备液:准确称取金属铬0.5000 g溶于少量HCl(1+1)中,再用水定容至500 ml。汞标准贮备液:准确称取0.5000 g金属汞,加入HNO₃(1+1)30 ml,加热溶解,冷却后用水定容至500 ml。锌标准贮备液:准确称取金属锌0.5000 g溶于少量HCl(1+1)中,再用HCl(1+99)定容至500 ml。砷标准贮备液:准确称取0.6601 g As₂O₃溶于NaOH溶液(浓度200 g/L)中,转入容量瓶中,滴加2~3滴酚酞指示剂,再用HCl(1+1)中和至少量,用HCl(1+99)定容至500 ml。吸取上述各贮备液一定量,用去离子水稀释成标准使用液,同上述方法配制标准系列溶液,备用。

1.3.3 样品处理。将购得的新鲜芦荟用蒸馏水冲洗干净,晾干。然后放入烘箱中至完全烘干,取出,冷却后在研钵中研碎。称取0.25 g处理过的芦荟样品于消化罐中,加入5 ml硝酸,轻微振荡,静置10 min。然后拧紧消化罐盖子,放入微波消解系统内,按一定的程序消解,15 min后消解完毕,打开微波炉门,冷却至室温。用去离子水将消解液定容至50 ml容量瓶中,备用。

1.3.4 标准曲线制作及样品测定。分别调节各仪器至所需的工作条件,测定各待测重金属的标准溶液,得到各自的标准曲线。将处理后的芦荟样品在相应的工作条件下测定各重金属的含量。

作者简介 周建青(1960-),男,四川内江人,副教授,从事有机化学研究。

收稿日期 2008-08-04

2 结果与分析

2.1 微波消解系统最佳条件的选择 消解的目的是利用酸分解样品基体,并同待测金属离子形成可溶性盐。消解效果与样品基体和被测元素密切相关,没有完全适用所有植物和元素普遍使用的方法。因此,为了得到较好的消解结果,对微波最大功率时的消解时间进行了考察,通过多次验证得出所需设定参数最佳值:总时间为3 min,恒压时间5 min,恒压值0.2 MPa,微波功率250 W,在此条件下微波消解的最终效果可达98.52%。为了在较短的时间内达到完全消解,且干扰后续工作,消解能量十分重要,但是如果消解能量太高,也会造成样品的损失。

2.2 标准曲线及样品测定结果 由表2可见,芦荟中各重金属元素的含量较低,说明芦荟对铜、锌、铅、镉的生物富集作用较小。其中,砷和汞的标准曲线分别见图1与图2,图中I为荧光强度值,C为浓度值。石墨炉原子吸收分光光度法测得芦荟样品中铬的含量为26.8364 μg/L,双道原子荧光法测得芦荟中砷、汞的含量分别为1.552与7.905 μg/L。

表2 ICP-AES法测得芦荟中重金属的含量

Table 2 The content of heavy metals in Aloe vera L. by ICP-AES method

元素	测定波长 nm	含量 ng/kg
Element	Determination wavelength	Content
铜 Cu	324.8	4.30
锌 Zn	213.9	27.90
铅 Pb	220.4	15.58
镉 Cd	226.5	0.06

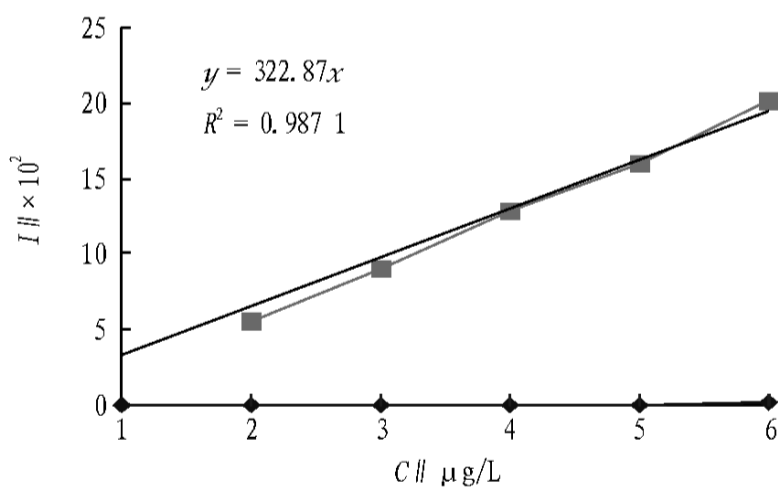


图1 砷的标准曲线

Fig.1 The standard curve of Se

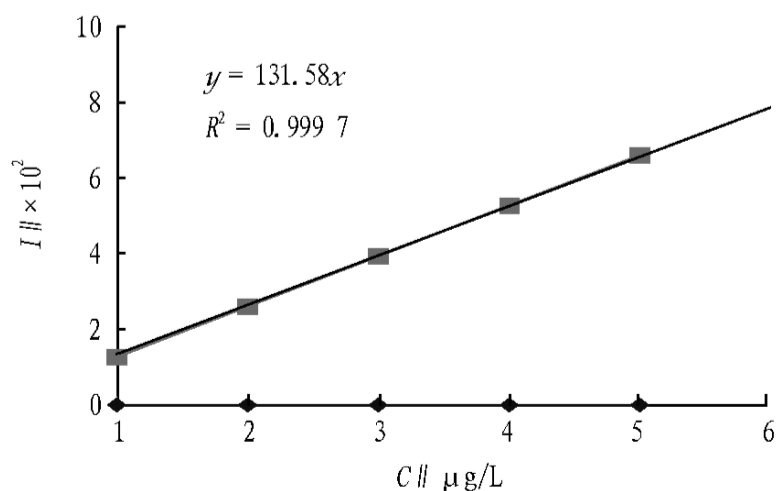


图2 汞的标准曲线

Fig.2 The standard curve of Hg

2.3 加标量试验 用ICP-AES、AFS、AAS法测定芦荟中铜、锌、铅、镉、砷、汞、铬元素的含量时,在相同的试验条件下,先

测定试样中各待测重金属的含量,然后向完全相同的样品中分别准确加入一定量待测重金属的标准物质,再次测定各重金属的含量,得到样品回收率,结果见表3。

表3 样品加标回收试验结果

Table 3 The recovery test results of adding standard samples

元素	测定值	加入量 ng/kg	测量值	回收率 %
Element	Determination value	Addition	Measured value	Recovery rate
锌 Zn	45.12	10.0	55.10	99.9
铜 Cu	4.30	1.0	5.28	99.6
铅 Pb	15.18	5.0	20.62	100.1
镉 Cd	0.06	0.5	0.53	96.4
砷 As	0.39	0.5	0.86	97.0
汞 Hg	1.97	1.0	2.98	100.0
铬 Cr	2.68	1.0	3.67	99.0

由表3可见,样品回收率在96.4%~100.1%,说明以上方法具有较高的准确度和精确度,是快速测定植物体内微量元素及重金属元素含量的较好方法。

2.4 ICP-AES法测定铜、锌、铅、镉元素的检出限(表4)

ICP-AES具有良好的检出限,中心通道内温度足够高,气溶胶在通道内经历时间较长,又处在无氧环境中,因而其原子化比较完全,亚稳态氩原子、氩离子、电子参与了附加的激发和电离,离子线的增加尤其显著^[7]。

表4 铜、锌、铅、镉元素的检出限

Table 4 The detection limits of Cu, Zn, Pb and Cd elements

元素	波长 nm	火焰	检出限 ng/ml
Elements	Wavelength	Flame	Detection limit
锌 Zn	213.9	AAS	0.5
镉 Cd	226.5	AAS	0.8
铜 Cu	324.7	AAS	2.0
铅 Pb	220.5	AAS	800.0

注:AAS为空气-乙炔火焰。

Note:AAS stands for air-acetylene flame.

3 结论

用微波消解技术能够快速、简便地对样品进行消解,有效消除化学干扰,污染少,并可以防止易挥发组分的损失^[7]。在测定样品中各重金属含量时,针对不同重金属各自的特点选用了不同的测定方法。经研究发现利用各方法测定相应重金属含量时有较高的精密度、回收率,较低的检出限,方便快捷,是最佳的方法。从测定结果中可以明显地看出,试验芦荟中有害重金属镉、铬、铅、砷、汞的含量较低,有益元素铜、锌的含量处于正常值范围,说明该芦荟所处的生长地状况较好,为芦荟的正确使用提供了可靠的依据。

参考文献

- [1] 杨屹,侯翔燕,王书俊,等.微波消解-AAS法测定芦荟中微量元素锌、锰、镉、铅[J].光谱学与光谱分析,2004(12):1672-1675.
- [2] 吴虹,包维楷,王安,等.微波消解ICP-AES法测定苔藓植物中化学元素[J].中国环境科学,2004(5):565-567.
- [3] 赵燕燕,孙启时.中药中重金属和农药残留的研究[J].药学实践杂志,2000(5):272-274.
- [4] 余守武,刘宜柏.土壤-水稻系统重金属污染的研究现状和展望[J].江西农业学报,2004(1):41-48.
- [5] 悉旦立,孙欲生,刘秀英.环境监测[M].3版.北京:高等教育出版社,2004:67-87.
- [6] 邓勃.原子吸收光谱分析的原理、技术和应用[M].北京:清华大学出版社,2004:346-352.
- [7] 邱得仁.原子光谱分析[M].上海:复旦大学出版社,2002:210-212.