

微波消解-FAAS 法测定大鼠肝脏中的微量元素

赵爱东¹, 翟学良¹, 刘敬泽^{2*}

1. 河北师范大学实验中心, 河北 石家庄 050016
2. 河北师范大学生命科学院, 河北 石家庄 050016

摘要 研究了采用微波消解样品, 利用火焰原子吸收分光光度法(FAAS)测定了大鼠肝脏中的钙、锌、铜、镁、铁。考察了微波消解条件对分析结果的影响, 同时选择了火焰原子吸收分光光度法测定的最佳条件。实验结果表明, 与传统的湿法消解样品相比, 该方法操作简便、快速、样品消解完全, 空白值低, 选择性好, 准确度和精确度都能满足分析要求。利用该法对大鼠肝脏中的微量元素进行了分析, 测定结果令人满意。方法回收率在 96%~103%, 相对标准偏差为 1.0%~2.6%。

关键词 微波消解; 测定; 微量元素; 火焰原子吸收法

中图分类号: O657.3 **文献标识码:** A **文章编号:** 1000-0593(2005)11-1893-02

引言

近年来, 随着高压消解罐的研制成功, 使得微波消解技术在分析化学领域得到广泛应用。利用微波增温、增压消解试样是对经典化学预处理技术的重大革新。这种方法特别适用于消解生物样品、食品、饮料、人体及动物器官等。其显著特点是热损耗少、能量利用率高; 消解能力强, 样品分解彻底, 一般在几分钟即可消化完全; 试剂用量少; 空白值低^[1-4]。

本文采用微波消解技术对大鼠肝脏进行消解, 利用 FAAS 法对消溶液中的钙、镁、锌、铜、铁进行测定, 得到令人满意的结果。本工作的研究成果很有实际意义。类似的工作还可参阅文献[5]。

1 实验部分

1.1 仪器及主要试剂

1.1.1 仪器

微波消解系统 MK-III 型光纤压力自控密闭微波消解系统(新科微波及溶样测试技术研究所, 上海); DKP-I 型电子控温加热板(新科微波及溶样测试技术研究所, 上海); WFX-1F₂B₂ 型原子吸收分光光度计(北京瑞利光学仪器厂); Ca, Zn, Cu, Mg, Fe 空心阴极灯(河北宁强光源厂)。

1.1.2 主要试剂

Ca, Zn, Cu, Mg, Fe 单标准储备液(国家标准物质中心,

北京), 使用时用去离子水稀释成所需的浓度; 硝酸(GR); 30% H₂O₂(AR)。

1.2 分析步骤

1.2.1 样品的分解

将大鼠的肝脏洗净, 在干燥器中干燥表面水分, 利用电子天平精确称取 0.200 0 g 样品, 放入聚四氟乙烯消解罐, 加入 5 mL HNO₃, 2 mL 30% H₂O₂。在电子控温加热板上加热 30 min(温度为 423 K)使反应趋于缓和。将溶样杯取下, 稍冷却, 擦干外表水分, 放入消化罐内, 盖好盖子, 将消化罐置于微波消解炉内的托盘上。按照 MK-III 型光纤压力自控密闭微波消解系统操作手册调整仪器, 然后设置压力档为 2 档, 微波加热时间为 5 min 进行消解, 消化完成后取出样品, 定容、待测。

1.2.2 测定方法

按照表 1 的仪器工作条件, 将样品的标准溶液、样品液和空白溶液分别导入 FAAS 仪器中测定, 以吸光度为纵坐标, 浓度为横坐标, 仪器自动绘制工作曲线, 并计算分析结果。

Table 1 The determination condition for FAAS

元素	波长/nm	灯电流/mA	狭缝(带通)/nm	燃烧器高度/mm
Fe	248.3	2	0.2	6
Ca	422.7	2	0.4	6
Cu	324.8	2	0.4	6
Zn	213.9	2	0.4	6
Mg	285.2	1	0.4	6

收稿日期: 2004-06-02, 修订日期: 2004-08-08

基金项目: 国家自然科学基金(30170128)资助项目

作者简介: 赵爱东, 女, 1964 年生, 河北师范大学实验中心高级实验师 * 通讯联系人

2 结果与讨论

2.1 微波消解条件的选择

2.1.1 消解压力的选择

利用光纤压力自控密闭微波消解系统溶解样品时, 压力档设置为第 2 档。压力设置太低, 样品消解不完全; 压力设置太高, 会因超压而引起自动泄压, 造成某些元素的损失。

2.1.2 消解时间的选择

将压力设置在第 2 档, 顺序改变微波加热时间: 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0, 6.0 min, 分别对同一样品进行消解, 由于加热时间不同, 消解液的澄清程度有明显的差别。经过多次实验, 结果表明, 样品经预分解处理后, 加热 4 min 后即可彻底消解。故本实验的消解时间选择为 5 min。

2.1.3 硝酸用量的选择

在其他条件相同的情况下, 在 4 个高压罐中分别加入 2, 4, 6, 8 mL 浓 HNO_3 , 结果发现, 加入 4 mL 以上的 3 个罐中的样品液澄清。本实验选用加 5 mL 浓 HNO_3 , 2 mL H_2O_2 。

2.2 实验结果

2.2.1 方法的准确度

人发(GBW09101)中 Fe, Ca, Cu, Mg, Zn 的测定结果见表 2。为了考察基体成分的干扰, 本实验用标准加入法对大鼠肝脏进行了分析测定, 同时用工作曲线法做对照, 其结果见表 3。

从表 2、表 3 可知, 该法具有较高的准确度, 并且基体成分不干扰测定, 可以用标准曲线法直接测定微波消解液中的

微量元素。

Table 2 Determination results of elements in human hair

人发	标准值/ $(\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1})$	测得值/ $(\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1})$
Fe	71.2 ± 6.6	75.8
Ca	$1\ 090 \pm 72$	1 153
Cu	23.0 ± 1.4	22.1
Zn	189 ± 8	193
Mg	105 ± 6	109

Table 3 Determination results of elements in rat liver

元素	标准加入法/ $(\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1})$	工作曲线法/ $(\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1})$
Fe	78.5	78.1
Ca	121.6	121.4
Cu	4.30	4.50
Zn	35.6	35.9
Mg	125.5	126.1

2.2.2 精密度实验

对 Fe, Ca, Cu, Mg, Zn 的标准溶液分别测定 7 次, 其相对标准偏差分别为: 1.5%, 2.1%, 1.0%, 2.6%, 1.7%。检出限分别为 $(\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1})$: 0.009 1, 0.018 1, 0.005 0, 0.007 5, 0.008 2。

2.2.3 回收实验

对样品做加标实验, 结果表明: Fe, Ca, Cu, Mg, Zn 的回收率均在 96% ~ 103% 之间。

综上所述, 利用自控密闭微波消解系统消解样品的前处理方法所处理试样的测定结果令人满意。

参 考 文 献

- [1] ZHANG Xiao-yan, MA Zheng-sheng, CHENG Wen-kang, et al(张小燕, 马政生, 程文康, 等). Analysis and Testing Technology and Instruments(分析测试技术与仪器), 2000, 6(1): 46.
- [2] ZHU Li-zhong, QI Wen-bin(朱利中, 戚文彬). Metallurgical Analysis(冶金分析), 1995, 15(1): 25.
- [3] ZHAO Ai-dong(赵爱东). Spectroscopy and Spectral Analysis(光谱学与光谱分析), 2001, 21(4): 538.
- [4] ZHAO Ai-dong, CHEN Hong-li(赵爱东, 陈洪利). Spectroscopy and Spectral Analysis(光谱学与光谱分析), 2001, 21(5): 647.
- [5] YANG Yi, HOU Xiang-yan, WANG Shu-jun, et al(杨屹, 侯翔燕, 王书俊, 等). Spectroscopy and Spectral Analysis(光谱学与光谱分析), 2004, 24(12): 1672.

Determination of Trace Elements in Rat Liver by Microwave Digestion Technique-FAAS Methods

ZHAO Ai-dong¹, ZHAI Xue-liang¹, LIU Jing-ze^{2*}

1. Experiment Centre, Hebei Normal University, Shijiazhuang 050016, China

2. College of Life Science, Hebei Normal University, Shijiazhuang 050016, China

Abstract In the present paper, microwave digestion technique was used to determine Ca, Zn, Cu, Mg and Fe in rat liver by flame atomic absorption spectrometry (FAAS). The effect of microwave digestion condition on the analysis results was examined and the best analysis condition of FAAS was selected. Compared to traditional wet methods, the experimental result showed that the method is rapid, sample digestion is complete, the blank value is low, and the measurement result is satisfactory. Applied to the determination of trace elements in rat liver, the method proved to be selective with satisfactory recovery of 96% - 103% and relative standard deviation of 1.0% - 2.6%.

Keywords Microwave digestion technique; Determination; Trace elements; Flame atomic absorption spectrometry

* Corresponding author

(Received Jun. 2, 2004; accepted Aug. 8, 2004)