

## 微波消解 ICP-AES 法测定鸡肌肉无机元素

孙涛<sup>1,4</sup>, 龙丹凤<sup>2</sup>, 辛国省<sup>3</sup>, 刘志云<sup>3</sup>

1. 中国科学院西北高原生物研究所, 青海 西宁 810000
2. 兰州大学生命科学学院, 甘肃 兰州 730000
3. 兰州大学草地农业科技学院, 甘肃 兰州 730020
4. 中国科学院研究生院, 北京 100049

**摘要** 采用微波密闭消解电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-AES)对鸡肌肉中 K, Ca, Na, Mg, P, S, Fe, Cu, Mn 和 Zn 等 12 种无机元素含量进行了测定。采用 HNO<sub>3</sub>-H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 混合酸溶体系对待测样品进行消解。结果表明该方法的相对标准偏差均在 5% 以下; 通过添加标准回收实验, 回收率在 92.5%~110%。与传统方法相比, 该方法具有良好的准确度和精密度, 高度灵敏性, 能同时测定多种元素等优点, 可满足样品检测要求, 可为鸡肌肉无机元素快速检测提供科学依据。

**关键词** 鸡肌肉; ICP-AES; 常量元素; 微量元素

**中图分类号:** O657.3 **文献标识码:** A **DOI:** 10.3964/j.issn.1000-0593(2010)07-1965-03

### 引言

鸡肉是人类肉类食品的重要组成部分和重要的营养来源, 随着人们生活品质的提高, 人们对鸡肉的消费需求已从由数量型转向质量型, 更关注鸡肉的风味、质地、营养、安全性等因素。消费者希望鸡肉的营养价值更高, 口味更鲜美, 因此, 优质肉鸡品种及其肌肉品质已经成为人们日益关注的问题。在鸡肌肉品质评定中, 以肌肉化学成分作为评价肉鸡品质的客观指标之一<sup>[1, 2]</sup>, 无机元素作为主要化学成分, 是人们评价的一项重要指标<sup>[3, 4]</sup>。传统鸡肌肉元素检测方法有原子吸收法<sup>[5]</sup>、原子荧光法<sup>[6]</sup>等, 但这些方法均无法实现大批量快速定量检测。电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-AES)是 20 世纪 80 年代发展起来的新的无机元素分析测试技术, 具有高效率、高准确度、低检出限、抗干扰能力强、操作简便、分析过程简单, 可同时进行多元素快速分析等特性<sup>[7]</sup>。目前已广泛应用于生物、食品、药材、环境、材料科学等各个领域<sup>[8-13]</sup>, 但 ICP-AES 在鸡肌肉品质分析中的应用还未见报道。鸡肌肉含有大量有机物, 需要对样品预先进行消化处理。常用的样品消化方法有干法消解和湿法消解, 干法消解操作简便, 但在消化过程中因一些元素挥发易造成分析结果偏低; 湿法消解又易带来污染物, 可使空白值偏高; 微波消解技术是近几年来发展起来的新型消解技术, 与传统消解技术相比具有加热快、升温高、消解能力强、空白值低、元素无挥发损失、环境污染小等优点<sup>[14-16]</sup>。本文采用微波消解和

ICP-AES 对鸡肌肉中的 12 种无机元素进行测定和分析, 建立了对鸡肌肉消解采用微波消解和电感耦合等离子体发射光谱法测定鸡肌肉中 K, Ca, Na, Mg, P, S, Fe, Cu, Mn 和 Zn 等 12 种无机元素的方法, 取得满意效果。

### 1 实验部分

#### 1.1 实验仪器及操作参数

全谱直读电感耦合等离子体发射光谱仪(IRIS Advantage ER/S); WX-4000 型微波消解系统(上海屹尧微波化学技术有限公司); 冷冻干燥机(LGJ-10D), ICP-AES 操作参数如表 1 所示。

#### 1.2 样品

采样肉鸡为草地放养青脚麻品种, 生长日龄 110 d。样品取自新鲜胴体的一侧胸肉, 剔除可见脂肪和结缔组织。

#### 1.3 实验试剂

所用 HNO<sub>3</sub>, HClO<sub>4</sub> 和 H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 均为优级纯, 所用水为去离子水(sartorius arium 611 DI), Ca, Mg, K, Na, P, S, Fe, Cu, Mn, Mo, Co, Zn 系列标准液。

#### 1.4 样品制备及处理

将取来的新鲜肌肉样品放置在冰箱冷冻保存, 分析时将样品切成片状, 冷冻干燥, 研磨后取 0.200 0 g 于微波消解罐中, 加入 1.42g·mL<sup>-1</sup> 的浓硝酸 5 mL, 30% 的过氧化氢 1 mL, 加盖密闭, 在微波消解仪中消解 5 min, 压力为 1.5×

收稿日期: 2009-09-02, 修订日期: 2009-12-06

基金项目: 国家自然科学基金重点项目(30730069)资助

作者简介: 孙涛, 1979 年生, 中国科学院西北高原生物研究所在读博士研究生 e-mail: suntao231@yahoo.com.cn

Table 1 Operating parameters of the instrument

功率/kW	载气流/(L·min <sup>-1</sup> )	辅助气流/(L·min <sup>-1</sup> )	冷却气流/(L·min <sup>-1</sup> )	溶液提升量/(mL·min <sup>-1</sup> )	冲洗时间/s
1.15	0.8	0.2	5.0	2.5	20

10<sup>6</sup> Pa, 消解完全后转移至 100 mL 容量瓶中, 用去离子水定容至 100 mL 摇匀待测。

## 2 结果与讨论

### 2.1 分析波长的选择和检出限

ICP-AES 法对每个元素的测定都可以同时选择多条特征谱线, 且具有同步背景校正功能, 为此实验中对每个元素

选择 2~3 条特征谱线, 综合分析其强度、干扰情况及稳定性, 选择谱线干扰少, 精密度好和信噪比高的谱线, 本实验选定各元素分析波长见表 2。

### 2.2 鸡肌肉各元素测定结果

将待测样品按照样品制备与处理方法平行 8 次, 待测溶液在选定实验条件下用 ICP-AES 进行测定, 结果见表 3。

结果显示, 所有测定结果的相对标准偏差均在 5% 以下, 表现为较高的精密度, 同时验证本方法具有较高精确度。

Table 2 Analytical wavelengths and detection limits of elements( $\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$ )

元素	Ca	Co	Cu	Fe	K	Mg	Mn	Mo	Na	P	S	Zn
谱线/nm	317.9	228.6	317.3	238.9	766.4	285.2	260.6	204.5	589.5	212.9	180.7	230.8

Table 3 Content of elements in muscle( $\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$ )( $n=8$ )

元素	Ca	Co	Cu	Fe	K	Mg	Mn	Mo	Na	P	S	Zn
平均值	651.5	0.94	2.18	61.48	13 870	1 264	1.16	0.87	1 109.6	8 800	8 102	76.41
RSD/%	0.29	42.213	1.472	0.675	0.978	2.171	1.847	3.852	1.445	2.374	3.794	2.302

Table 4 Recoveries of inorganic elements in samples( $n=8$ )

元素	加入量/( $\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$ )	回收量/( $\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$ )	回收率/%
Ca	30	29.325	97.75
Co	0.2	0.185	92.5
Cu	10	9.74	97.4
Fe	35	35.805	102.3
K	40	40.08	100.2
Mg	50	50.7	101.4
Mn	20	19.82	99.1
Mo	0.2	2.22	110
Na	2	1.94	97
P	40	40.24	100.6
S	50	48.95	97.9
Zn	2	2.026	101.3

### 2.3 加标回收实验

对处理后进行加标回收实验, 按照 1.4 方法处理样品, 回收率均在 92.5%~110% 之间, 结果见表 4。可见本方法有较高的准确度, 可满足样品检测要求。

## 3 结论

本研究结果表明, 采用微波消解和 ICP-AES 法检测鸡肌肉中 K, Ca, Na, Mg, P, S, Fe, Cu, Mn 和 Zn 等 12 种无机元素含量, 与传统的化学分析方法相比, 该方法具有快速、灵敏、准确等众多优点, 能满足鸡肌肉元素含量检测需要, 可为今后快速准确评定鸡肌肉以及其他肉类产品品质提供科学参考依据。

## 参 考 文 献

- [1] ZHONG Wei-jing, JIANG Zong-yong, ZOU Shu-tong, et al(仲伟静, 蒋宗勇, 邹书通, 等). China Poultry(中国家禽), 2006, 28(20): 83.
- [2] XI Peng-bin, JIANG Zong-yong, LIN Ying-cai, et al(席鹏彬, 蒋宗勇, 林映才, 等). Chinese Journal of Animal Nutrition(动物营养学报), 2006, 18(suppl.): 347.
- [3] CHEN Guo-hong, WU Xin-sheng, WANG Ke-hua, et al(陈国宏, 吴信生, 王克华, 等). Heilongjiang Animal Science and Veterinary Medicine(黑龙江畜牧兽医), 1998, (5): 1.
- [4] Liang C L. Taiwanese Journal of Agricultural Chemistry and Food Science, 2000, 38(4): 295.
- [5] Falandysz J. Food Additives and Contaminants, 1987, 8(1): 71.
- [6] LI Ming-yuan(李明远). Chinese Journal of Spectroscopy Laboratory(光谱实验室), 2007, 24(3): 618.
- [7] QIU De-ren(邱德仁). Atomic Spectrochemical Analysis(原子光谱分析). Shanghai: Fudan University Press(上海: 复旦大学出版社), 175.
- [8] HUANG Yi-fan(黄一帆). Chinese Journal of Spectroscopy Laboratory(光谱实验室), 2009, 26(1): 107.

- [9] LU Gang, HUANG Yue, GAO Jin-feng, et al(卢 钢, 黄 越, 高锦枫, 等). Journal of Beihua University(Natural Science)(北华大学学报·自然科学版), 2009, 10(3): 230.
- [10] LIANG Dong-song, HUANG Yi-fan(梁冬松, 黄一帆). Physical Testing and Chemical Analysis(Part B: Chemical Analysis)(理化检验-化学分册), 2008, 44(6): 568.
- [11] WANG Ying, TIE Mei, KANG Ping-li, et al(王 莹, 铁 梅, 康平利, 等). Spectroscopy and Spectral Analysis(光谱学与光谱分析), 2009, 29(3): 815.
- [12] Swami K, Judd C D, Orsini J, et al. Fresenius' Journal of Analytical Chemistry, 2001, 369(1): 63.
- [13] He Man, Hu Bin, Zeng Yan, et al. Journal of Alloys and Compounds, 2005, 390: 168.
- [14] JIN Qin-han(金钦汉). Chinese Journal of Analytical Chemistry(分析化学), 1988, 16(7): 668.
- [15] HAN Chao, LIU Cui-ping, ZHAN Xiu-ming(韩 超, 刘翠平, 詹秀明). Journal of Analytical Science(分析科学学报), 2008, 24(1): 91.
- [16] Juvonen R, Lakomaa T. Talanta, 2002, 58(3): 595.

## Determination of Inorganic Elements in Chicken Muscle by Sealed Microwave Digestion ICP-AES

SUN Tao<sup>1</sup>, LONG Dan-feng<sup>2</sup>, XIN Guo-sheng<sup>3</sup>, LIU Zhi-yun<sup>3</sup>

1. Northwest Plateau Institute of Biology, Chinese Academy of Sciences, Xining 810000, China

2. College of Life Science, Lanzhou University, Lanzhou 730000, China

3. College of Pastoral Agricultural Science and Technology, Lanzhou University, Lanzhou 730020, China

4. Graduate University of Chinese Academy of Science, Beijing 100049, China

**Abstract** The contents of inorganic elements including K, Ca, Na, Mg, P, S, Fe, Cu, Mn, Zn, Mo, and Co from the chicken muscle were determined by ICP-AES using sealed microwave digestion. The sample of the chicken muscle was digested with HNO<sub>3</sub>-H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> system. The relative standard deviation was less than 5% for all the elements, and the recovery was 92.5%-110% by adding standard recovery experiment. This method was simple, sensitive and precise and can perform simultaneous multi-elements determination compared with conventional method of the chicken muscle determination, which could satisfy the sample examination request and provide scientific rationale for determining inorganic elements of chicken meat.

**Keywords** Chicken muscle; ICP-AES; Macro element; Trace element

(Received Sep. 2, 2009; accepted Dec. 6, 2009)