

海带中 12 种元素 ICP-OES 检测的三种前处理方法对比研究

孙玲玲, 宋金明, 林 强, 于 颖

(中国科学院 海洋研究所分析测试中心, 山东 青岛 266071)

摘要: 运用电感耦合等离子体发射光谱法(Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectrometry, ICP-OES) 比较研究了干法灰化、湿法消解和微波消解 3 种前处理方法对海带样品中 Se、Fe、Mn、Zn、Ca、Mg、P、As、Cd、Cr、Cu 和 Pb 12 种元素含量测定的影响。结果表明, 不同前处理方法对微量元素的测定结果会产生不同程度的影响。干法灰化对易挥发元素 As 等带来明显的负误差; 湿法消解由于加入的消解液量大, 对低含量的微量元素常带来较大的试剂空白; 微波消解法相对于其他两种前处理方法适于样品的快速消解, 具有操作简便、试剂用量少、操作误差小等优点, 检测结果具备较高的准确度、精密度和回收率, 对海带样品微波消解 ICP-OES 检测的相对标准偏差为 0.29%~2.63%, 加标回收率为 87.3%~103.6%。微波消解是海带等海洋生物样品中微量元素测定较理想的前处理方法。

关键词: 微波消解; 干法灰化; 湿法消解; 比较; 电感耦合等离子体发射光谱法

中图分类号: TS207.3 文献标识码: A 文章编号: 1000-3096(2015)05-0009-07

doi: 10.11759/hyxx20130818001

海带又称海带菜, 属海带科(laminarioaceae), 海带属(*laminaria*), 是一种大型药食两用藻类。近代药理和临床研究表明, 海带具有降压、降脂、降糖、防癌、提高免疫力及美容等药理价值^[1]。海带营养丰富, 除富含碘外, 还含有蛋白质、不饱和脂肪酸、维生素、膳食纤维和多种微量元素, 如钙、铁、磷、锌以及硒等^[1], 其中, 微量元素的作用越来越受到人们的重视。现代医学研究证明, 微量元素与人体正常的新陈代谢、健康发育有着密切的联系, 在防治疾病、延缓机体衰老等方面发挥着重要的作用^[2]。海带因其是一种低脂肪、低热量的保健性食品, 符合现代健康饮食结构, 将成为当代食疗最佳选择之一。因此准确、快速地检测海带中的微量元素, 对于其合理开发利用有着极其重要的作用。

对样品中的微量元素进行检测前, 需要对样品进行前处理。样品的前处理是微量元素分析不可或缺的重要环节, 对检测结果的准确性有着直接影响^[3-4]。随着检测分析方法的不断改进, 对样品制备也提出了比过去更高的要求。目前常用的食品样品消解方法主要有干法灰化、湿法消解和微波消解^[5-8]。其中干法灰化和湿法消解是传统的样品前处理方法, 微波消解是近年来新兴的一种消解方法^[9-10]。文献调研发现, 海带中部分微量元素的研究已有相关报道^[11-17], 但是, 对海带样品的干法灰化、湿法消解和微波消解

前处理方法的比较研究, 目前尚未见报道。因此, 为更好地探究前处理方法对海带样品中微量元素检测的影响, 有必要对这 3 种前处理方法进行比较, 以提高分析结果的准确度。

本文采用干法灰化、湿法消解和微波消解 3 种消解方法对海带样品进行前处理, 运用电感耦合等离子体发射光谱法(inductively coupled plasma-optical emission spectroscopy, ICP-OES) 测定样品中 Se、Fe、Mn、Zn、Ca、Mg、P、As、Cd、Cr、Cu 和 Pb 12 种元素的含量。讨论分析了 3 种前处理方法对测定结果的影响, 优选出最佳的样品前处理方法, 以期对海带中各元素分析的预处理方法的选择提供科学实验依据。

1 材料与方 法

1.1 材料与试剂

实验样品购自青岛市场。在海带各部位均匀取样, 用自来水冲洗干净, 再用超纯水清洗, 置于烘箱中 80℃ 烘干, 冷却研细, 过 80~100 目尼龙筛, 于

收稿日期: 2014-07-05; 修回日期: 2014-10-02

作者简介: 孙玲玲(1982-), 女, 山东平度人, 博士, 主要从事海洋环境分析研究, E-mail: sunllqd@163.com; 宋金明, 通信作者, 研究员, 博士生导师, E-mail: jmsong@qdio.ac.cn

干燥器中储存储备用。海带成分分析标准物质 (GBW08517), 国家海洋局第二海洋研究所。

HNO₃、H₂O₂ (均为优级纯, 国药集团化学试剂有限公司), N9300233 多元素混合标准溶液 (10 mg/L, 美国 PerkinElmer 公司), 磷单元素标准溶液 (1 000 mg/L, 国家有色金属及电子材料分析测试中心), 用于配制标准溶液与样品溶液的超纯水 (电阻率 18.2 MΩ·cm)。

1.2 仪器与设备

Optima 7300 DV 电感耦合等离子体发射光谱仪(美国 PerkinElmer 公司), SpeedWave MWS-4 微波消解仪 (德国 Berghof 公司), EG35A plus 电热板 (北京莱伯泰科科技有限公司), TM-0912P 陶瓷纤维马弗炉 (北京盈安美诚科学仪器有限公司), DHG-9053A 型热恒温鼓风干燥箱 (上海精宏实验设备有限公司), Milli-Q Direct 8 超纯水系统 (美国 Millipore 公司), BS110 电子天平 (德国 Sartorius 公司)。

1.3 方法

1.3.1 干法消解

准确称取 0.200 g 海带样品于 100 mL 瓷坩埚中, 置于电热板上小火慢慢加热, 炭化至无烟时, 再移入马弗炉中 550℃ 灰化 6 h。冷却后用 1 mL 硝酸 (1 : 1, V/V) 溶解灼烧残渣并转移至 25.0 mL 容量瓶中, 用超纯水多次洗涤坩埚, 洗液合并于容量瓶中, 定容至刻度, 摇匀备用。同法做试剂空白。

1.3.2 湿法消解

准确称取 0.200 g 海带样品于 100 mL 高脚烧杯中, 加入 5 mL 浓 HNO₃ 和 1 mL H₂O₂, 盖上表面皿, 摇匀后放置过夜。次日, 先在 (160 ± 20)℃ 电热板上缓慢消解, 逐渐增加消解温度至 240℃ 左右,

消解至白色烟雾逸尽, 消解液呈无色透明或淡黄色为止。冷却后用 1 mL 硝酸 (1 : 1, V/V) 移至 25.0 mL 容量瓶中, 用超纯水多次洗涤高脚烧杯, 洗液合并于容量瓶中, 定容至刻度, 摇匀备用。同法做试剂空白。

1.3.3 微波消解

准确称取 0.200 g 海带样品于消解罐中, 加入 5.0 mL 浓 HNO₃ 和 1.0 mL H₂O₂, 加盖预消解过夜。次日, 将盛有样品的消解罐置于微波消解仪中, 采用两步程序升温的微波消解程序 (表 1)。消解完全后, 待消解罐内温度低于 40℃ 时, 取出, 转移消解液至 25.0 mL 容量瓶中, 用超纯水洗涤消解罐 3~4 次, 合并洗涤液, 并以超纯水定容, 摇匀备用。同法做试剂空白。

表 1 微波消解程序

Tab.1 Conditions for microwave digestion of samples

升温程序	温度(℃)	持续压力 (MPa)	升温时间 (min)	保持时间(min)	功率 (%)
第一步	140	5.0	5	5	90
第二步	180	5.0	5	20	90
第三步	50	0	1	10	0

1.3.4 各元素分析谱线的选择

为选择最佳的分析谱线, 实验中选择仪器推荐的 3 条灵敏线分别进行测定, 综合谱线发射强度、干扰情况及稳定性, 选择灵敏度高、干扰少、背景等效浓度低的谱线作为分析谱线。各元素的分析谱线见表 2。

1.3.5 仪器工作参数

电感耦合等离子体发射光谱仪的工作条件如表 3 所示。

表 2 12 种待测元素的测定波长

Tab.2 Analytical wavelength of 12 elements

元素	Se	Fe	Mn	Zn	Ca	Mg
波长(nm)	196.026	259.939	257.610	213.857	317.933	279.077
元素	P	As	Cd	Cr	Cu	Pb
波长(nm)	213.617	188.979	226.502	267.716	324.752	220.353

表 3 ICP-OES 测定的工作参数

Tab.3 Operating parameters of the ICP-OES

RF 功率 (kW)	雾化器压力 (MPa)	等离子体气流量(L/min)	辅助气流量 (L/min)	载气(氩气) (L/min)	溶液提升量 (mL/min)	延迟时间 (s)	积分时间 (s)	观测方向	重复测定次数(次)
1.3	95.0	15.0	0.2	0.8	1.5	20	5	轴向	3

1.3.6 标准曲线的绘制

将各标准储备液进行逐级稀释, 配制一系列不同浓度的标准溶液。调节 ICP-OES 的工作参数, 使其处于最佳工作条件下 (表 3), 按照所选择的各元素的分析波长 (表 2), 用 ICP-OES 依次对校准空白溶液和标准溶液 (浓度由低到高) 进行测定, 绘制出标准曲线, 并计算出回归方程和相关系数 (表 4)。

表 4 各元素的回归方程和相关系数

Tab.4 Linear regression equation and correlated coefficient of each element

元素	回归方程	相关系数 <i>R</i>
Se	$A=1209C-5.5$	0.999866
Fe	$A=49090C-350.7$	0.999460
Mn	$A=395800C-116.8$	0.999989
Zn	$A=23940C+69.4$	0.999537
Ca	$A=96920C-8801.0$	0.999386
Mg	$A=174500C-4857.7$	0.999608
P	$A=1849C-12.8$	0.999999
As	$A=1271C-4.4$	0.999893
Cd	$A=25930C+91.5$	0.999456
Cr	$A=64030C+196.5$	0.999921
Cu	$A=90680C+108.1$	0.999974
Pb	$A=6527C-42.6$	0.999639

1.3.7 方法检出限

将空白溶液重复测试 12 次, 计算标准偏差, 3 倍标准偏差即为方法检出限, 结果见表 5。实验方法对各元素的检出限为 0.0003~0.0215 mg/L。

表 5 12 种元素的检出限(mg/L)

Tab.5 Detection limits of the elements (mg/L)

元素	Se	Fe	Mn	Zn	Ca	Mg
检出限	0.0215	0.0024	0.0003	0.0015	0.0123	0.0015
元素	P	As	Cd	Cr	Cu	Pb
检出限	0.0207	0.0118	0.0012	0.0015	0.0015	0.0059

1.3.8 样品测定

在仪器选定的最佳工作条件下, 对不同方法处理的样品消解液进行测定, 根据标准曲线的线性回归方程计算其浓度, 算出海带中 12 种元素的含量。

2 结果与分析

2.1 3 种消解方法的比较与探讨

2.1.1 消解原理比较

干法灰化原理: 将样品置于坩埚内, 先在电热

板上加热, 使其中的有机成分脱水、炭化、分解、氧化, 再置于高温炉中, 于一定温度范围内加热分解、灼烧、灰化, 直至残灰为白色或灰色为止, 所得残渣用适当溶剂溶解后即无机成分。

湿法消解原理: 在样品中加入强酸, 加热消解, 利用强酸的氧化性与酸性, 使样品中的有机物质完全分解、氧化, 呈气态逸出, 分析物质及共存离子转化为无机物状态, 以稳定的化学形式存在于澄清溶液中。

微波消解原理: 将样品置于消解罐中, 加入适量酸 (通常选用 HNO_3 、 HCl 、 HF 、 H_2O_2 等), 罐盖盖好, 放入炉中。当微波通过样品时, 加入的极性溶剂在微波电场作用下, 随微波频率快速变换取向, 分子或离子间产生高速的碰撞与摩擦, 总能量增加, 使样品温度急剧上升。样品与溶剂在此高温作用下发生反应, 产生气体并在密闭的消解罐内形成压力。样品在高温高压条件下表层搅动并破裂, 不断产生新的样品表面与溶剂接触, 直到样品完全溶解。

2.1.2 3 种消解方法优缺点比较

采用 3 种消解方法对海带样品进行消解, 对各种消解方法做了系统的比较 (表 6)。

表 6 3 种消解方法的优缺点比较

Tab.6 The comparison of advantages and disadvantages between dry, wet and microwave digestions

比较参数	干法灰化	湿法消解	微波消解
试剂用量(mL)	1~2	5~6	5~6
消解时间(h)	4~6	6~8	1~2
消解程度	消解完全	消解完全	消解完全
通量(个)	10~20	≥ 20	2~12
能量消耗(kW)	10~16	16~20	2~4
污染程度	较小	大	小
应用范围	不适合高温易挥发元素	不适合高温易挥发元素	绝大多数元素

从表 6 可以看出, 微波消解是一种崭新、高效、高速、节能的样品前处理技术, 具有空白值低、干扰小、消解时间短、能量消耗低、污染程度小等干法消解和湿法消解不可比拟的优点^[18-20], 尤其解决了难消解样品(高蛋白、高脂肪类)和易挥发元素(As、Hg 等)的制备难题。但是, 因微波消解仪消解罐的个数一定, 每次最多只能消解 12 个样品, 不适合大批量样品的前处理^[21]。另外, 对于有机成分含量高的样品, 如油、酒等, 易产生剧烈的氧化还原反应, 造成消解罐的泄压甚至损坏, 此类样品不宜采用微波

消解。

干法消解具有有机物分解彻底、操作简单、污染程度较小等优点,因基本不加或加入很少的试剂,空白值低,样品经灼烧后灰分体积很少,故样品称样量可较大,可富集被测元素,降低检测限,消解效果比湿法消解好。但干法消解耗时较长,能量消耗较大^[22-23],高温易造成易挥发元素(As、Hg 等)的损失,坩埚对被测元素有一定吸留作用,致使测定结果和回收率降低。

湿法消解通用性较强,高通量,可同时进行多个样品的操作。缺点是:试剂用量较多,空白值偏高;消解时间长^[22-23],消解初期,易产生大量泡沫外溢;高温易造成易挥发元素(As、Hg 等)的损失;能量消耗大;常产生大量有害气体,污染环境;消解过程在敞开体系中进行,易造成交叉污染。

综上所述,微波消解是一种非常适合海带及其他生物样品前处理的消解方法。随着微波技术的发展,微波消解技术在样品(特别是海洋生物样品)分析方面必将发挥越来越重要的作用。

2.1.3 方法准确度和精密度比较

采用海带成分分析标准物质(GBW08517),对3种前处理方法的准确度和精密度进行评价。实验分别按1.3.1、1.3.2、1.3.3节方法制备样品溶液,在仪器最佳条件下,平行测定6次,平均值作为测定结果,与标准值进行比较,同时计算RSD值,结果如表7所示。测定结果表明,干法灰化的RSD在0.87%~3.91%之间,湿法消解的RSD在0.99%~4.49%之间,微波消解的RSD在0.29%~2.63%之间,3种消解方法均有较好的测定精密度。

分析可知,3种消解方法中,绝大部分元素的测定值在标准值范围内,说明3种消解方法都是可靠的。对比可知,微波消解的测定值更接近标准值,准确度高,RSD在0.29%~2.63%之间,说明微波消解对分析结果重现性好,精密度高;除Fe、As和Pb外,干法灰化的测定值与标准值也较吻合,但吻合数据波动较微波消解大,相对偏差较大,最高达3.91%,精密度稍低;湿法消解中Se、As和Cr的测定值与标准值有偏差,RSD跳动的幅度较大,在0.99%~4.49%之间,精密度相对最差,数据稳定性较差。实验表明,采用不同前处理方法消解样品时,不同化学性质的元素溶出率也不同,微波消解对12种元素的溶出率均较好,优于干法灰化和湿法消解。

2.1.4 方法加标回收率比较

对海带样品采用3种不同的消解方法进行加标回收率实验,结果如表8。由表8可见,干灰化法对各元素的加标回收率在73.4%~104.6%,湿法消解的加标回收率为78.1%~103.8%,微波消解的加标回收率为87.3%~103.6%。从数据结果看,干法灰化和湿法消解的回收率分散性较大,微波消解的回收率相对较高,明显优于其他两种消解方法。

2.2 实际样品测定

对海带样品采用干法灰化、湿法消解和微波消解3种方法进行消解,用ICP-OES分别测得样品中的Se、Fe、Mn、Zn、Ca、Mg、P、As、Cd、Cr、Cu和Pb12种元素的含量,结果见表9。

表7 不同消解方法的海带标准物质测定结果($\mu\text{g/g}$) ($n=6$)

Tab. 7 The determination results of *Laminaria Japonica Aresch* with different pretreatment methods($\mu\text{g/g}$) ($n=6$)

方法	Se		Fe		Mn		Zn		Ca		Mg	
	平均值	RSD	平均值	RSD	平均值	RSD	平均值	RSD	平均值	RSD	平均值	RSD
干法	0.060	1.06	210.5	1.12	40.55	1.20	27.84	1.12	22795	0.87	10880	1.11
湿法	0.074	2.53	211.3	0.99	41.03	1.43	27.54	1.01	22800	1.16	10890	1.25
微波	0.063	0.78	216.9	0.91	41.49	0.71	27.89	0.68	22790	0.92	10910	1.13
标准值	0.062±0.009		215±19		42.1±2.3		27.9±0.9		22800±12		10900±8	
方法	P		As		Cd		Cr		Cu		Pb	
	平均值	RSD	平均值	RSD	平均值	RSD	平均值	RSD	平均值	RSD	平均值	RSD
干法	4599	1.45	8.16	3.91	1.056	1.76	0.700	2.99	4.732	1.24	1.260	3.45
湿法	4600	1.88	10.37	2.27	1.036	1.06	0.719	4.49	4.786	1.65	1.298	3.80
微波	4601	0.77	12.90	0.46	1.068	0.30	0.639	2.63	4.897	0.35	1.302	0.29
标准值	4600±2		13.9±2.4		1.14±0.11		0.63±0.08		5.01±0.32		1.41±0.12	

表 8 不同消解方法的加标回收率 ($n = 3$)

Tab.8 The recovery rate of different pretreatment methods ($n = 3$)

元素	样品含量($\mu\text{g/g}$)			加标量 ($\mu\text{g/g}$)	加标后测定值($\mu\text{g/g}$)			加标回收率(%)		
	干法	湿法	微波		干法	湿法	微波	干法	湿法	微波
Se	0.948	1.049	1.123	2.0	2.698	2.823	2.908	87.5	88.7	89.3
Fe	255.3	263.9	265.6	300	530.3	537.0	540.2	91.7	91.0	91.5
Mn	20.67	20.55	21.80	50	64.5	66.1	67.9	87.7	91.1	92.2
Zn	49.41	50.34	49.86	50	100.6	95.2	95.3	102.4	89.7	90.9
Ca	12800	12320	12110	10000	22900	22480	22000	101.0	101.6	98.9
Mg	8846	8836	8838	10000	18025	18140	18128	91.8	93.0	92.9
P	2379	2373	2371	2000	4089	4066	4166	85.5	84.7	89.8
As	6.860	13.09	17.81	10	14.2	20.9	26.9	73.4	78.1	90.9
Cd	1.142	1.130	1.156	2.0	2.852	2.772	2.901	85.5	82.1	87.3
Cr	0.881	0.874	0.890	2.0	2.669	2.950	2.962	89.4	103.8	103.6
Cu	4.509	2.509	2.426	2.0	6.600	4.286	4.232	104.6	88.9	90.3
Pb	1.422	1.506	1.532	2.0	3.062	3.188	3.390	82.0	84.1	92.9

表 9 海带样品不同消解方法的测定结果 (干质量, $\mu\text{g/g}$) ($n = 3$)

Tab. 9 The content of elements in *Thallus laminariae* with different pretreatment methods (dry weight, $\mu\text{g/g}$) ($n = 3$)

消解方法	Se	Fe	Mn	Zn	Ca	Mg
干法灰化	0.948	255.3	20.67	49.41	12800	8846
湿法消解	1.049	263.9	20.55	50.34	12320	8836
微波消解	1.123	265.6	21.80	49.86	12110	8838
消解方法	P	As	Cd	Cr	Cu	Pb
干法灰化	2369	6.860	1.142	0.881	4.509	1.422
湿法消解	2373	13.09	1.130	0.874	2.509	1.506
微波消解	2371	17.81	1.156	0.890	2.426	1.532

由表 9 数据可知, 对大部分元素, 微波消解条件下测得的含量较高, 样品消解较为完全。尤其对于 As 元素的测定, 微波消解方法明显优于干法灰化和湿法消解, 这是因为 As 为易挥发元素, 干法灰化温度较高且是敞开消解体系, 湿法消解亦是敞开体系, 消解过程造成 As 元素的损失, 而微波消解为密闭消解体系, 不会使 As 元素损失。

从表 9 数据也可看出, 在 Ca 和 Cu 的测定中, 干法灰化测定的结果较湿法消解和微波消解较高。湿法消解在对 Fe、Ca 和 Cu 的测定中, 样品处理较完全, 结果较干法灰化理想, 在微波消解条件无法达到的情况下, 用湿法消解效果也较好。

3 结论

采用干法灰化、湿法消解和微波消解 3 种前处理方法对海带样品进行前处理, 用 ICP-OES 法测定样品中 12 种元素的含量, 取得了满意的结果。实验结果表明, 经不同消解方法处理的海带样品, 其

中 Fe、Ca、As 和 Cu 4 种元素含量的测定结果存在一定差异。微波消解适合几乎所有元素的样品前处理, 干法灰化和湿法消解对于易挥发元素易产生较大的误差。样品经干法灰化、湿法消解和微波消解 3 种前处理方法消解后, 相对标准偏差分别为 0.87%~3.91%, 0.99%~4.49%, 0.29%~2.63%, 加标回收率分别为 73.4%~104.6%, 78.1%~103.8%, 87.3%~103.6%。相对于其他两种前处理方法, 微波消解法具有溶样时间短、消解能力强、空白值低, 操作误差小等优点, 检测结果具有较高的准确度、精密度和回收率, 效果优于干法灰化和湿法消解, 可作为一种较理想的预处理方法用于海带样品及其他海洋生物中微量元素测定的前处理。

参考文献:

- [1] 蔡培印, 陈颖. 海带的有用价值及综合开发[J]. 科技信息, 1995, 11(5): 23-24.
- [2] 孔祥瑞. 必需微量元素的营养、生理及临床意义[M].

- 合肥: 安徽科学技术出版社, 1982: 56-70.
- [3] 高芹, 邵劲松, 余云飞. 农产品中重金属痕量分析样品制备的质量控制[J]. 农业环境与发展, 2007, (5): 102-104.
- [4] 杨雪娇, 黄伟, 林涛, 等. 不同前处理方法检测食品中的重金属含量[J]. 现代食品科技, 2008, 24(10): 1051-1054.
- [5] Demirel S, Tuzen M. Evaluation of various digestion procedures for trace element contents of some food materials[J]. Journal of Hazardous Materials, 2008, 152(3): 1020-1026.
- [6] Mendil D, Ünal Ö F, Tüzen M, et al. Determination of trace metals in different fish species and sediments from the River Yesilirmakin Tokat, Turkey[J]. Food and Chemical Toxicology, 2010, 48(5): 1383-1392.
- [7] Rodushkin I, Ruth T, Huhtasaari A. Comparison of two digestion methods for elemental determinations in plant material by ICP techniques[J]. Analytica Chimica Acta, 1999, 378(1-3): 191-200.
- [8] Tuncel S, Yenisoy-Karakas S, Dogangun A. Determination of metal concentrations in lichen samples by inductively coupled plasma atomic emission spectroscopy technique after applying different digestion procedures[J]. Talanta, 2004, 63(2): 273-277.
- [9] Kuss H M. Applications of microwave digestion technique for elemental analyses[J]. Fresenius Journal of Analytical Chemistry, 1992, 343(9-10): 788-793.
- [10] Dolan S P, Capar S G. Multi-element analysis of food by microwave digestion and inductively coupled plasma-atomic emission spectrometry[J]. Journal of Food Composition and Analysis, 2002, 15(5): 593-615.
- [11] 李桂华, 侯法菊, 崔建军, 等. 原子吸收法测定海带微量元素的含量[J]. 食品科技, 2006, 31(5): 100-102.
- [12] 胡进, 陆锡锋, 张成, 等. 微波消解-电感耦合等离子体质谱测定海带中铅、镉、铬、铜和锌[J]. 食品科学, 2012, 33(20): 286-288.
- [13] 张金生, 赵爽, 李丽华, 等. 微波消解-MPT-AES 法测定海带中钙和锌[J]. 石油化工高等学校学报, 2006, 19(3): 41-44.
- [14] 张万锋, 王书民. 火焰原子吸收法测定海带中的铁、钙和钴[J]. 商洛学院学报, 2007, 21(2): 42-44.
- [15] 洪紫萍, 王贵公. 海带中微量元素含量研究[J]. 广东微量元素科学, 1996, 15(7): 9-10.
- [16] 陈云弟, 秦俊法, 黄宗枝. 海带中生命元素的 ICP-AES 研究[J]. 广东微量元素科学, 1996, 3(9): 60-63.
- [17] 于振花, 王小如, 荆森, 等. 微波消解-电感耦合等离子体质谱测定海带中硒的含量[J]. 海洋科学集刊, 2009, 49: 133-137.
- [18] Soylak M, Tuzen M, Souza A S, et al. Optimization of microwave assisted digestion procedure for the determination of zinc, copper and nickel in tea samples employing flame atomic absorption spectrometry[J]. Journal of Hazardous Materials, 2007, 149(2): 264-268.
- [19] Sheppard B S, Heitkemper D T, Gaston C M. Microwave digestion for the determination of arsenic, cadmium and lead in seafood products by inductively coupled plasma atomic emission and mass spectrometry[J]. Analyst, 1994, 119(8): 1683-1686.
- [20] Recheigl J E, Payne G G. Comparison of a microwave digestion system to other digestion methods for plant tissue analysis[J]. Communications in Soil Science & Plant Analysis, 1990, 21(19-20): 2209-2218.
- [21] Silvestreb M D, Lagardaa M J, Farréa R, et al. Copper, iron and zinc determinations in human milk using FAAS with microwave digestion[J]. Food Chemistry, 2000, 68(1): 95-99.
- [22] Aydin I. Comparison of dry, wet and microwave digestion procedures for the determination of chemical elements in wool samples in Turkey using ICP-OES technique[J]. Microchemical Journal, 2008, 90(1): 82-87.
- [23] Yang L, Li Y, Xj G, et al. Comparison of dry ashing, wet ashing and microwave digestion for determination of trace elements in periostracum serpentis and periostracum cicadae by ICP-AES[J]. Journal of the Chilean Chemical Society, 2013, 58(3): 1876-1879.

Comparison of three pretreatment methods for the determination of 12 elements in *Thallus laminariae* by ICP-OES

SUN Ling-ling, SONG Jin-ming, LIN Qiang, YU Ying

(Analytical Center of Institute of Oceanology, Chinese Academy of Sciences, Qingdao 266071, China)

Received: Jul., 5, 2014

Key words: microwave digestion; dry ashing; wet digestion; comparison; ICP-OES

Abstract: Three sample pretreatment methods, including dry ashing, wet and microwave digestion, had been compared in determination of 12 elements (Se, Fe, Mn, Zn, Ca, Mg, P, As, Cd, Cr, Cu and Pb) in *Thallus Laminariae* by inductively coupled with plasma-optical emission spectrometry (ICP-OES). The results indicated that different digestion methods had some influences on the results of the determined elements. Dry ashing had obvious negative deviation on the volatile elements, such as As. Because adding more digestion reagents, wet digestion had larger reagent blank for low content trace elements. Compared to dry ashing and wet digestion, microwave digestion was a rapid and efficient method for sample decomposition, offering more significant advantages, such as more convenient, less acid consuming and good precision, accuracy and recovery rate. The relative standard deviations of determination for trace elements by ICP-OES after microwave digestion were between 0.29%~2.63% and the recovery rates were in the range of 87.3%~103.6%. Microwave digestion was proved to be suitable for pretreating *Thallus Laminariae* as well as other marine biological samples.

(本文编辑: 康亦兼)