

采用电感耦合等离子体质谱仪测定

桑叶中不同形式钙的含量

黄智安^{1,2}, 余进², 罗欣¹, 陈彦和^{1,2}, 李强^{1,2}

(1.劲牌有限公司, 湖北黄石 435100;

2.中药保健食品质量与安全湖北省重点实验室, 湖北黄石 435100)

摘要: 使用电感耦合等离子体质谱仪 (ICP-MS), 对桑叶粉中总钙含量及不同形态的钙含量进行测定。结果显示, 样品中含钙量达到 24143.8 mg/kg。同时, 各形态钙的含量中, 水溶性钙、果胶酸钙以及碳酸钙占比 59.5%, 对于人体而言, 可这 3 种形态钙是能被人体吸收的钙。由此可见, 桑叶粉不仅钙含量高, 而且其中钙的存在形态有利于人体的消化吸收。

关键词: 电感耦合等离子体质谱仪; 桑叶; 钙

桑叶, 又名铁扇子、神仙叶等, 主要分布在亚热带、北温带、非洲热带和美洲等地区, 我国有近千万亩桑园, 其中在四川、广西及长江中下游地区分布较广^[1]。桑叶其性寒、味甘苦, 具有疏散风热、清肺润燥、清肝明目之功效。桑叶中含有丰富的营养物质, 如蛋白质、矿物质、维生素等, 以及多种生物活性成分, 具有降血糖、降血压、降低胆固醇、抗衰老、增强免疫力等功效^[2-3]。

另外据报道, 桑叶中钙含量极高, 可高达 2699mg/100g^[4], 远高于牛奶(110mg/100g)、豆制品(230mg/100g)、奶酪(410mg/100g)等食品^[5]。钙通常以水溶钙、果胶钙、磷酸钙、草酸钙及残余的硅酸钙等形态存在于植物中, 不同形态的钙功能有所不同。例如细胞壁中钙的形态主要为果胶钙用以维持形态, 植物液泡内钙的形态主要为沉淀的草酸钙, 可避免有机酸累积产生的毒害^[6]。

为了深入了解桑叶中钙存在的形态, 采用不同浸提剂逐级提取的方法分析测定桑叶中不同形态的钙含量。

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂

1.1.1 仪器 iCAP RQ 型电感耦合等离子体质谱仪, 美国赛默飞世尔科技有限公司; PRO 型微波消解仪, 奥地利安东帕有限公司; ELGA 纯水机, 英国威立雅公司; SQP 分析天平, 德国赛多利斯公司; 超声提取器, 上海科导; 3k15 离心机, SIGMA。

1.1.2 试剂 盐酸，硝酸，冰乙酸；一级水，电阻率 $\geq 18.2\text{M}\Omega\cdot\text{cm}$ ；钙单元素标准物质；锂、铈、锆、钇、铟、铪、铌单元素标准溶液。

注：除非另有说明，本方法所用试剂均为优级纯，水为 GB/T 6682 规定的一级水。

1.2 标准溶液的制备

分别精密量取钙单元素标准溶液，用（5+95）硝酸溶液稀释制成每 1mL 含钙 $0\mu\text{g}$ 、 $0.400\mu\text{g}$ 、 $2.00\mu\text{g}$ 、 $4.00\mu\text{g}$ 、 $12.0\mu\text{g}$ 、 $20.0\mu\text{g}$ 的标准溶液。

1.3 内标溶液的制备

精密量取锂、铈、锆、钇、铟、铪、铌单元素标准溶液适量，用（5+95）硝酸溶液稀释制成每 1mL 各含 100ng 的混合溶液。

1.4 试样溶液的制备

称取样品约 0.5g，置耐压耐高温微波消解罐中，加硝酸 5mL。密闭并按微波消解仪的相应要求及一定的消解程序进行消解。待冷却后取出，缓慢打开消解罐盖排气，用少量水冲洗内盖，将消解罐放在控温电热板上，于 100°C 加热 30min，用水定容至 50mL 容量瓶中，摇匀备用，同时做空白试验。

1.5 仪器条件

仪器 RF 功率 1550W，采样深度 5mm，冷却气流速 14.0L/min，雾化气流速 1.11L/min，辅助气流速 0.80L/min，CCT 碰撞气流速 4.49mL/min。

2 方法学考察

2.1 线性与检测限

以钙 $0\mu\text{g/mL}$ 、 $0.400\mu\text{g/mL}$ 、 $2.00\mu\text{g/mL}$ 、 $4.00\mu\text{g/mL}$ 、 $12.0\mu\text{g/mL}$ 、 $20.0\mu\text{g/mL}$ 的标准溶液。测定时选取的同位素为 ^{43}Ca ，内标元素校正选择内插模式。依次将仪器的样品管插入各个浓度的标准品溶液中进行测定，以测量值(3 次读数的平均值)为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线。（线性回归方程及相关系数见下表 1）

表 1 线性回归方程及相关系数

Table 1 The linear regressive equation and correlation coefficients

元素	线性回归方程	相关系数
^{43}Ca	$Y=2929.280\cdot X+7.522$	$R^2=0.9997$

实验表明， ^{43}Ca 能被检测，专属性较好。且各元素的强度响应值与其浓度之间均具有良好的线性关系。