

HVG-ICP-AES 法测定保健品中的硒和锗

ICP-034

摘要：采用微波消解保健品样品，氢化物发生电感耦合等离子体法（HVG-ICP-AES）测定保健品种的硒和锗，研究了保健品中硒和锗元素的含量。实验结果表明，硒和锗线性关系及重复性良好，定量准确，回收率在 99.3%~100.3% 之间，硒的检出限为 0.04 μg/g，锗的检出限为 0.07 μg/g，HVG-ICP-AES 测定保健品中硒和锗含量，具有快速、高效优点，完全能满足测定要求。

关键词：氢化物 ICP 硒 锗 保健品

硒在人和动物生长发育过程中扮演着重要角色，研究发现其主要功能有：抗肿瘤、消除自由基、排毒、提高机体免疫力等，硒是人体必要元素，每天 25~200 μg/day，如果摄入量不足就需要补充。无机锗作为无益组分甚至有害组分（过量时）不希望被检出。目前检测锗和硒的方法有 AFS、AAS 等。与其他方法相比 VG-

ICP-AES 法具有灵敏度高、检出限低、选择好等优点，但目前为止，尚未有氢化物电感耦合等离子体法同时测定硒和锗。本应用文集采用微波消解保健样品，HVG-ICPE-9000 测定硒和锗，HVG 法具有很高的灵敏度，同时采用 mini 矩管，降低了氙气的消耗量，节约了使用成本。

实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPE-9000 等离子体发射光谱仪
仪器稳定后，按表 1 仪器工作条件

表 1 仪器工作条件

观测方向	辅助气流速 (L/min)	冷却气流速 (L/min)	载气流速 (L/min)	高频频率 (MHz)	高频输出功率 (kW)	矩管 类型
轴向	10	0.6	0.7	27.12	1.0	Mini

1.2 实验器皿及试剂

实验所用玻璃器皿均用硝酸溶液（1+1）浸泡 24 小时后，用去离子水冲洗，干燥备用；实验所用 HNO₃、HCl 试剂优级纯试剂，NaBH₄、NaOH、H₂SO₄ 为分析纯试剂，实验用水为超纯去离子水。

1.3 样品的前处理

称取 0.5002 g 保健品于聚四氟消解罐中，加入 6 mL 硝酸，放入微波消解仪中，设置 15 min 升至 200℃，并且 200℃保持 10 min，冷却至 60℃取出消解罐，转移至 300 mL 玻璃烧杯中，加入 3 mL 硫酸，于电加热板上 330℃加热至冒白烟，白烟冒 3 min 后取下冷却，用 10% 盐酸清洗锥形瓶内壁，过滤，用 10% 盐酸定容至 100 mL 容量瓶中。

HVG 装置所用还原剂，称取 5 g 硼氢化钠和 6 g 氢氧化钠，用超纯水定容至 500 mL，移取 250 mL 盐酸溶液，用超纯水定容至 500 mL。

1.4 仪器参数和分析线的选择

根据表 2 制备 Se 和 Ge 的混合标准溶液，含 10% 盐酸。

表 2 不同元素标准曲线浓度

元素	标准曲线浓度 (μg/L)			
Se	0	10	40	200
Ge	0	1	4	20

结果与讨论

2.1 标准曲线与轮廓图

各元素的标准曲线如下：

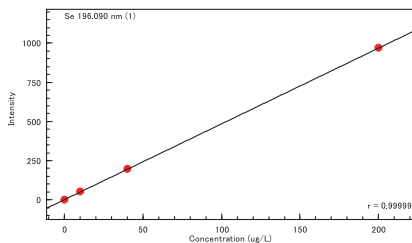


图 1 Se 196.090 nm 标准曲线

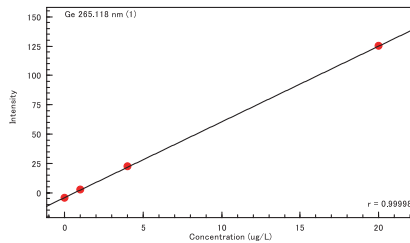


图 2 Ge 265.118 nm 标准曲线

2.2 轮廓图

各元素的轮廓图如下：

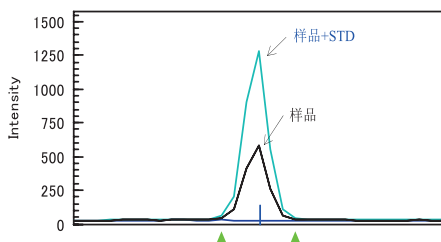


图 3 Se 196.090 nm 轮廓图

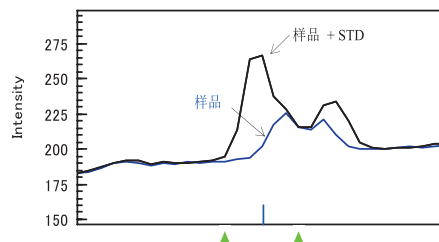


图 4 Ge 265.118 nm 轮廓图

2.3 方法的检出限及回收率

对空白标准溶液的分析元素进行 10 次测定，取 3 倍的空白标准偏差所对应的浓度即为各元素的检出限，并进行了加标回收率实验，其结果见表 3。

表 3 检出限以及保健品样品回收试验结果

元素名称	Se	Ge
检出限 (µg/L)	0.2	0.4
添加前 (µg/L)	77.7	ND
添加量 (µg/L)	100	10
添加后 (µg/L)	177.0	10.1
回收率 (%)	99.3	100.6

2.4 测定含量结果

按实验方法对样品进行分析，分析结果见表 4。

表 4 保健品样品分析含量结果

元素名称	Se	Ge
检出限 (µg/g)	0.04	0.07
含量值 (µg/g)	16	ND
样品标定值 (µg/g)	15	-

*每天每粒浓度(1g/粒/天)

结论

采用微波消解保健品样品，氢化物发生电感耦合等离子体法 (HVG-ICP-AES) 测定保健品种的硒和锗，研究了保健品中硒和锗元素的含量。实验结果表明，硒和锗线性关系及重复性良好，定量准确，回收率在 99.3% ~ 100.6% 之间，HVG-ICP-AES 测定保健品中硒和锗含量，具有高灵敏度、低消耗等优点，完全能满足测定要求。