

微波消解—ICP-OES/ICP-MS 法测定 桂花中 46 种元素

Determination of 46 elements in *Osmanthus fragrans* by
microwave digestion with ICP-OES/ICP-MS

秦愫妮 黄俊杰 全洗强 陶鑫 秦翠芸

QIN Su-ni HUANG Jun-jie QUAN Xi-qiang TAO Xin QIN Cui-yun

(中国地质科学院岩溶地质研究所国土资源部岩溶动力学重点实验室, 广西 桂林 541004)

(Karst Dynamics Laboratory, Ministry of Land and Resources, Institute of Karst

Geological Sciences, Guilin, Guangxi 541004, China)

摘要:为建立采用电感耦合等离子体发射光谱(ICP-OES)/电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)测定桂花中 46 种元素的方法。将样品经 $\text{HNO}_3-\text{H}_2\text{O}_2$ 微波消解后,以 ICP-OES 测定桂花中 Na、Mg、Al、P、S、K、Ca 和 Fe, ICP-MS 测定桂花中 Ag、As、Ba、Cd、Co、Cr、Cs、Cu、Hg、Li、Mn、Mo、Ni、Pb、Rb、Se、Sn、Sr、Th、Ti、Tl、V、Zn 和 15 种稀土元素。结果表明: ICP-OES 检出限为 $0.68\sim 18.10\ \mu\text{g/L}$, ICP-MS 检出限为 $0.001\sim 0.093\ \mu\text{g/L}$ 。方法精密度(RSD)为 $0.84\%\sim 8.42\%$, 回收率为 $87.2\%\sim 113.6\%$ 。国家标准物质灌木枝叶[GBW07603 (GSV-2)]的检测方法与参考值基本一致。桂花测定结果表明桂花中富含多种微量元素,其中含量在 $10\ \text{mg/kg}$ 以上的有 13 种。测定的元素中含量较高的有益元素为 Na、Mg、P、S、K、Ca、Fe 和 Zn,而含量较高的有害元素有 Al、Ni、Ba 和 Pb。该方法具有快速、简便、准确等优点,适用于桂花中多种元素的同时测定。

关键词:桂花; ICP-OES; ICP-MS; 微量元素; 微波消解

Abstract: Objective To established a method to determine 46 elements in *Osmanthus fragrans* by inductively coupled plasma optical emission spectrometry (ICP-OES) and inductively coupled plasma-mass spectrometry (ICP-MS). Methods $\text{HNO}_3-\text{H}_2\text{O}_2$ was used to decompose *Osmanthus fragrans* with microwave digestion. ICP-OES was applied to determine the elements of Na, Mg, Al, P, S, K, Ca and Fe, the others (Ag, As, Ba, Cd, Co, Cr, Cs, Cu, Hg, Li, Mn, Mo, Ni, Pb, Rb, Se, Sn, Sr, Th, Ti, Tl, V, Zn and

15 kinds of rare earth elements) were determined by ICP-MS. Results Determination limits of ICP-OES were in the range of $0.68\sim 18.10\ \mu\text{g/L}$ while ICP-MS were in the range of $0.001\sim 0.093\ \mu\text{g/L}$. The relative standard deviations (RSDs) were in the range of $0.84\%\sim 8.42\%$, and the recoveries of 46 trace elements were in the range of $87.2\%\sim 113.6\%$. The proposed method was applied in the analysis of reference material bush branch and leaf [GBW07603 (GSV-2)], giving results in consistency with the certified values. The analytical results showed that large amounts of elements were embodied in *Osmanthus fragrans*. There were 13 kinds of elements with their contents in *Osmanthus fragrans* more than $10\ \text{mg/kg}$, the contents of beneficial elements Na, Mg, P, S, K, Ca, Fe and Zn and harmful elements Al, Ni, Ba and Pb in *Osmanthus fragrans* were high. Conclusion This analysis method was simple, rapid, accurate and could be applied for simultaneous determination of elements in *Osmanthus fragrans*.

Keywords: *Osmanthus fragrans*; ICP-OES; ICP-MS; elements; rare earth elements

桂花(*Osmanthus fragrans*)是木犀科木犀属常绿灌木或小乔木,芳香浓郁,富含蛋白质、脂肪、氨基酸、维生素、胡萝卜素、芳香油、花青素等多种成分。目前对桂花的研究主要集中在有机营养成分的提取和利用上^[1-3],对其所含元素的研究不多。范文秀等^[4]采用火焰原子吸收法同时测定了桂花中 K、Na、Ca、Mg、Pb、Cd、Cu、Mn、Co、Zn、Cr、Fe 12 种微量元素的含量;杨秀莲等^[5]对 25 个桂花品种盛花期花瓣中的可溶性糖、可溶性蛋白、水分、 V_c 、有机酸、游离氨基酸、黄酮以及 K、Na、Ca、Mg、Zn、Fe 6 种矿质元素含量进行了测定,结果发现不同桂花品种间营养成分存在很大差别;叶诚等^[6]分析了金桂、银桂、丹桂和四季桂 4 种不同品种桂花的氨基

基金项目:中国地质科学院岩溶地质研究所基本科研业务费资助项目(编号:2015013)

作者简介:秦愫妮(1982—),女,中国地质科学院岩溶地质研究所助理研究员,博士。E-mail: qinsuni@karst.ac.cn

收稿日期:2017-02-04

酸组成及含量,并比较了 Cr、Cu、Ca、Fe、Mg、K、Mn、Na、Cd、Pb、Zn 11 种微量元素含量,结果表明金桂中氨基酸和微量元素的含量明显高于其它 3 个品种。至今报道的文献中均未涉及对桂花中 P、S、Li、Ti、V、Ni、Se、Rb、Sr、Mo、Ag、Sn、Cs、Ba、Tl、Th 及稀土等元素含量的测定研究,鉴于元素在人体内重要的生理和毒理作用,有必要对桂花中所含元素进行全面分析。ICP-OES/ICP-MS 具有分析速度快、线性范围宽、可多元素同时测定、检出限低等优点,已被广泛应用于生物与医学^[7]、地质与环境^[8]、食品与化学^[9]、贵金属和高纯物质分析^[10]等领域。为了解桂花中元素的特点,更好地利用桂花,本试验采用微波消解处理桂花样品,应用 ICP-OES/ICP-MS 对桂花中包括稀土元素在内的 46 种元素进行测定,将有助于全面了解桂花的营养价值和食用安全性,为科学利用桂花提供参考依据。

1 材料与方法

1.1 样品

桂花:金桂,采摘于广西桂林市岩溶地质研究所内。桂花洗净晾干,于 60℃干燥 2 h,粉碎成粉末,备用。灌木枝叶标准物质[GBW07603(GSV-2),地矿部物化探研究所]。

1.2 仪器与试剂

电子分析天平:AB304-S 型,瑞士 Mettler Toledo 公司;
微波消解仪:MARS 6 型,配恒温加热板,美国 CEM 公司;

超纯水机:Milli-Q 型,美国 Millipore 公司;
电感耦合等离子体发射光谱仪:iCAP 7400Duo 型,美国 Thermo Fisher 公司;
电感耦合等离子体质谱仪:iCAP Q 型,美国 Thermo Fisher 公司;

硝酸:痕量金属级,美国 Fisher Chemical 公司;
30%过氧化氢:优级纯,国药集团化学试剂有限公司;
质谱调谐液:美国 Thermo Fisher 公司;
Na、Mg、Al、P、S、K、Ca、Mn、Fe、Ag、As、Ba、Cd、Co、Cr、Cs、Cu、Hg、Li、Mn、Mo、Ni、Pb、Rb、Se、Sn、Sr、Th、Ti、Tl、V、Zn 单元素标准溶液:1 000 μg/mL,国家有色金属及电子材料分析测试中心;

稀土(Y、La、Ce、Pr、Nd、Sm、Eu、Gd、Tb、Dy、Ho、Er、Tm、Yb、Lu)分析用标准溶液:100 μg/mL,国家有色金属及电子材料分析测试中心;

Sc、Ge、In、Bi 内标溶液:1 000 μg/mL,国家有色金属及电子材料分析测试中心。

1.3 仪器工作条件

ICP-OES 优化后工作条件:射频功率 1 150 W,载气流量 12 L/min,辅助气流量 0.5 L/min,雾化器压力 0.23 MPa,冲洗泵速 50 r/min,分析泵速 50 r/min,积分时间短波长 15 s,长波长 5 s,样品冲洗时间 30 s,样品测定次数 3 次。

用质谱调谐液对 ICP-MS 进行调谐,优化仪器工作参数,使仪器灵敏度、氧化物(CeO/Ce)、双电荷(¹³⁷Ba⁺⁺/¹³⁷Ba⁺)、分辨率等各项指标达到最佳,仪器工作条件:射频功率

1 550 W,采样深度 6.5 mm,等离子体气流量 16.0 L/min,辅助气流量 1.0 L/min,雾化气流量 1.0 L/min,样品提升速率 1.0 mL/min,积分时间 0.100 s,样品测定次数 3 次。

1.4 试验方法

1.4.1 标准溶液的配制 用 2% HNO₃ 逐级稀释 Na、Mg、Al、P、S、K、Ca、Mn、Fe 标准溶液至 0.0, 0.5, 1.0, 2.0, 5.0, 10.0 μg/mL,稀释 Ag、As、Ba、Cd、Co、Cr、Cs、Cu、Hg、Li、Mn、Mo、Ni、Pb、Rb、Se、Sn、Sr、Th、Ti、Tl、V、Zn 及稀土标准溶液至 0.0, 1.0, 5.0, 10.0, 50.0, 100.0, 300.0 ng/mL,稀释 Hg 标准溶液至 0.0, 0.2, 0.5, 1.0, 2.0, 5.0 ng/mL,稀释 Sc、Ge、In、Bi 内标溶液至 10 ng/mL。

1.4.2 样品处理 分别准确称量粉碎后样品和灌木枝叶标准物质 0.5 g 于消解罐中,加入 8 mL HNO₃ 和 2 mL 30% H₂O₂,放置过夜,放入微波消解仪中,按以下程序进行消解:室温至 130℃,升温时间 10 min,保持时间 5 min;130~160℃,升温时间 5 min,保持时间 5 min;160~190℃,升温时间 5 min,保持时间 20 min。冷却后取出,恒温加热板上 120℃赶酸至液体剩余约 1 mL,将试样溶液转移至 25 mL 塑料容量瓶中,用水定容,混匀。同法制备试剂空白溶液。

2 结果与讨论

2.1 ICP-OES 分析线和 ICP-MS 同位素的选择

选择合适的分析线是 ICP-OES 消除光谱干扰最简单实用的方法。根据待测元素含量高低及谱线间光谱干扰的情况,选择灵敏度高,干扰少的待测元素分析线。根据仪器谱线库所提供的各待测元素波长谱线资料,对各个待测元素选取 2~3 条谱线进行测定,然后对比标准溶液与样品溶液扫描后的光谱图,剔除那些受干扰的谱线,选择不受干扰的分析线,并选择相应的观测模式。选择结果见表 1。

表 1 各元素分析线
Table 1 Analytical spectral lines of each element

元素	分析谱线/nm	观测方式
Na	589.592	垂直观测
Mg	279.553	垂直观测
Al	309.271	水平观测
P	177.495	水平观测
S	180.731	水平观测
K	766.490	水平观测
Ca	393.366	垂直观测
Fe	259.940	水平观测

在 ICP-MS 分析中,可通过选择合适的同位素来尽可能地避免同质异位素和多原子离子的干扰。根据各同位素的相对丰度以及所对应的同质异位素和多原子离子干扰情况,选择的同位素为:¹⁰⁸Ag、⁷⁵As、¹³⁷Ba、¹¹¹Cd、¹⁴⁰Ce、⁵⁹Co、⁵²Cr、¹³³Cs、⁶³Cu、²⁰²Hg、⁷Li、⁵⁵Mn、⁹⁵Mo、⁶⁰Ni、²⁰⁸Pb、⁸⁵Rb、⁷⁷Se、¹¹⁸Sn、⁸⁸Sr、⁴⁷Ti、²³²Th、²⁰⁵Tl、⁵¹V、⁶⁶Zn、⁸⁹Y、¹³⁹La、¹⁴¹Pr、¹⁴⁶Nd、¹⁴⁷Sm、¹⁵³Eu、¹⁵⁷Gd、¹⁵⁹Tb、¹⁶³Dy、¹⁶⁵Ho、¹⁶⁶Er、¹⁶⁹Tm、¹⁷²Yb、¹⁷⁵Lu。

2.2 干扰及校正

桂花样品消解液中无机组成的含量较低,各谱线之间的光谱干扰较少,通过选择合适的待测元素分析线可有效消除 ICP-OES 分析过程中的这些光谱干扰,而仪器软件可自动扣除由载气以及样品溶剂所产生的背景干扰。

由于样品溶液和纯标准溶液在黏度、传输效率、电离平衡等方面的差异以及检测过程中仪器产生的信号漂移,ICP-MS 在分析过程中会产生基体效应。通过加入内标元素,可补偿样品基体效应和信号漂移,从而改善各待测元素的稳定性和准确性。内标元素在样品中含量应极低,且电离能与待测元素接近,本试验选择 10 ng/mL 的 Sc、Ge、In、Bi 混合内标溶液,三通管在线加入进行校正。

ICP-MS 分析中的质谱干扰来源于等离子体中产生的分子(或多原子)以及相同质量数的其他原子与目标元素的名义质量相同而发生的质谱重叠,如⁴⁸Ca 对⁴⁸Ti、⁴⁰Ar³⁵Cl 对⁷⁵As 和³⁵Cl¹⁶O 对⁵¹V 的干扰等;在测定稀土元素时,轻稀土元素的氧化物粒子可能会对重稀土元素产生干扰,而 Ba 有 7 个天然同位素,它们所形成的氧化物和氢氧化物也会对轻稀土元素的测定产生干扰。本试验采用 KED 模式消除质谱干扰,KED 模式消除干扰的原理是基于干扰粒子与同等质量的分析物离子相比通常直径都更大,所以当它们加入 He 的

碰撞池时将损失更多动能。这时只有能量较高的分析物离子可通过碰撞池到达检测器,这个分离过程叫做动能歧视效应(KED)。常用的 ICP-MS 消除质谱干扰的方法还有同位素稀释法、化学沉淀法和校正方程法等^[11-13],KED 模式与这些方法相比具有操作简单,对干扰类型没有特定的选择性,适用于不同基体的样品,从而被广泛应用于消除复杂基体样品的质谱干扰^[14-15]。

2.3 标准曲线及检出限

在 ICP-OES 和 ICP-MS 工作条件下测定标准工作溶液系列,得各元素标准曲线方程及线性相关系数。平行测定样品空白溶液 11 次,按 IUPAC 的方法计算检出限(3δ/b),得到各待测元素的检出限(见表 2)。由表 2 可知,方法的线性关系良好,各线性相关系数不小于 0.999,ICP-OES 检出限为 0.68~18.10 μg/L,ICP-MS 检出限为 0.001~0.093 μg/L。

2.4 样品分析

采用本方法测定了桂花和灌木枝叶标准物质中的 46 种元素,得到桂花和灌木枝叶的测定结果,另取桂花样品进行加标回收试验,并对加标桂花样品进行 6 次平行测定,得到方法的精密度,结果见表 3。由表 3 可知,测定结果的 RSD 为 0.84%~8.42%,加标回收率为 87.2%~113.6%,灌木枝叶标准物质测定结果与国家标准物质中心提供的标准参考

表 2 各元素的相关系数和检出限

Table 2 Correlation coefficients and detection limits of the elements

元素	标准曲线方程	相关系数 (R ²)	检出限/ (μg·L ⁻¹)	元素	标准曲线方程	相关系数 (R ²)	检出限/ (μg·L ⁻¹)
Na	y=2 278.4x+694.7	0.999 5	18.10	Cd	y=15 161.8x-1 157.2	1.000 0	0.002
Mg	y=68 674.8x+5 938.7	0.999 6	2.48	Sn	y=29 848.4x+11 806.1	0.999 9	0.016
Al	y=8 293.5x+972.8	0.999 9	2.14	Cs	y=64 229.5x-27 745.8	0.999 2	0.002
P	y=920.5x-3.3	1.000 0	1.55	Ba	y=12 925.4x-6 632.9	0.999 9	0.022
S	y=437.1x+1.4	1.000 0	8.22	Hg	y=42 288.6x+1 249.0	0.999 3	0.016
K	y=57 062.6x-6 668.2	1.000 0	6.11	Tl	y=489 183.4x-3 816.5	0.999 7	0.005
Ca	y=184 510.9x+55 998.1	0.999 8	10.83	Pb	y=348 957.9x+57 752.5	0.999 1	0.024
Fe	y=17 269.8x+636.8	0.999 7	0.68	Th	y=667 566.1x-33 349.9	0.999 8	0.018
Li	y=273.0x+32.1	1.000 0	0.093	Y	y=21 316.0x+2 507.2	1.000 0	0.016
Ti	y=4 712.9x+388.4	1.000 0	0.033	La	y=27 583.5x+12 903.9	1.000 0	0.017
V	y=16 273.1x+2 671.9	1.000 0	0.008	Ce	y=2 063.5x-191.5	0.999 9	0.031
Cr	y=27 984.3x+7 634.9	0.999 9	0.016	Pr	y=12 640.4x+2 926.5	0.999 9	0.017
Mn	y=13 812.7x+933.1	1.000 0	0.048	Nd	y=13 173.2x+365.4	1.000 0	0.017
Co	y=48 824.2x+19 329.8	0.999 8	0.002	Sm	y=21 316.0x+2 507.2	1.000 0	0.017
Ni	y=12 982.1x+7 266.8	0.999 9	0.015	Eu	y=27 583.5x+12 903.9	0.999 9	0.017
Cu	y=35 923.4x+30 973.1	0.999 7	0.022	Gd	y=2 063.5x-191.5	1.000 0	0.016
Zn	y=6 522.9x+555.8	0.999 9	0.044	Tb	y=12 640.4x+2 926.5	0.999 2	0.017
As	y=2 698.7x-26.4	1.000 0	0.023	Dy	y=13 173.2x+365.4	1.000 0	0.015
Se	y=3 460.1x+708.4	1.000 0	0.001	Ho	y=21 316.0x+2 507.2	0.999 0	0.023
Rb	y=12 992.8x-4 264.5	0.999 9	0.016	Er	y=2 063.5x-191.5	0.999 9	0.014
Sr	y=17 551.5x-2 869.5	0.999 9	0.048	Tm	y=12 640.4x+2 926.5	0.999 1	0.024
Mo	y=23 320.2x-263.6	0.999 9	0.053	Yb	y=13 173.2x+365.4	0.999 9	0.015
Ag	y=24 317.0x+2 047.2	0.999 4	0.058	Lu	y=21 316.0x+2 507.2	0.999 3	0.029

表 3 标准物质和样品的分析结果[†]

Table 3 Analytical results of standard material and sample

元素	灌木枝叶标准物质/ (mg · kg ⁻¹)		桂花测定值/ (mg · kg ⁻¹)	回收率/%	RSD/%
	标准值	测定值			
Na	19 600	19 425	72.3	93.4	0.93
Mg	4 800	4 633	1 943	98.5	1.64
Al	2 000	1 942	390	103.7	2.74
P	1 000	1 108	4 189	98.1	1.17
S	7 300	7 512	2 923	105.9	4.31
K	9 200	9 139	20 788	110.2	2.96
Ca	16 800	16 426	3 874	106.8	3.43
Fe	1 070	1 121	427	100.9	2.81
Li	2.6	2.8	0.412	103.9	1.75
Ti	95	97	16.7	96.3	4.72
V	2.4	2.5	1.74	94.5	0.96
Cr	2.6	2.7	1.80	106.4	1.45
Mn	61	57	37.8	102.1	3.78
Co	0.41	0.38	0.867	94.0	5.74
Ni	1.7	1.8	9.02	89.4	4.92
Cu	6.6	6.5	16.7	92.3	6.91
Zn	20.6	21.7	27.2	97.6	3.10
As	1.25	1.32	0.338	87.2	2.59
Se	0.12	0.12	0.041	102.4	7.43
Rb	4.5	4.7	34.9	94.0	4.35
Sr	246	231	9.66	88.5	2.96
Mo	0.28	0.28	0.175	95.7	8.42
Ag	0.049	0.045	0.022 7	102.3	6.13
Cd	0.38	0.42	0.219	110.7	4.38
Sn	0.27	0.24	0.092 9	103.2	2.94
Cs	0.27	0.31	0.176	98.0	3.08
Ba	18	17	17.3	104.4	5.17
Hg	—	0.01	0.011 4	113.6	6.27
Tl	—	N.D.	N.D.	97.6	2.51
Pb	47	49	2.013	94.1	3.24
Th	0.36	0.34	0.088 5	104.6	7.76
Y	0.63	0.63	0.208	102.8	0.92
La	1.25	1.19	0.457	96.0	0.84
Ce	2.2	2.0	0.686	88.8	2.16
Pr	0.24	0.22	0.142	103.9	3.09
Nd	1	0.96	0.317	111.9	4.11
Sm	0.19	0.21	0.082 7	96.3	2.07
Eu	0.039	0.037	0.042 1	110.2	1.16
Gd	0.19	0.20	N.D.	95.9	4.38
Tb	0.025	0.022	0.113	94.0	2.69
Dy	0.13	0.14	0.091 5	104.7	1.70
Ho	0.033	0.037	0.022 6	106.2	2.04
Er	—	0.047	0.068 4	97.1	1.28
Tm	—	0.023	0.020 9	92.4	2.03
Yb	0.063	0.068	0.010 8	94.6	2.47
Lu	0.011	0.012	N.D.	102.5	1.25

† N.D.表示小于方法检出限。

值基本相符,说明本方法具有良好的精密度和准确度,可满足桂花中多种元素测定的要求。测定结果表明桂花富含多种微量元素,含量在 10 mg/kg 以上的有 Na、Mg、P、S、K、Ca、Fe、Zn、Ti、Mn、Cu、Rb、Ba 13 种元素,而含量在 2 mg/kg 以上的有 Na、Mg、P、S、K、Ca、Mn、Ni、Fe、Al、Ti、Cu、Zn、Rb、Sr、Ba、Pb 17 种元素,含量最高的 K 达到 20 788 mg/kg。含量低于 0.05 mg/kg 的元素有 Se、Ag、Hg、Tl、Eu、Gd、Ho、Tm、Yb 和 Lu。稀土元素在桂花中的含量并不高,含量最高的 Ce 为 0.686 mg/kg。

通过测定结果可以看出,桂花中 Na、Mg、P、S、K、Ca、Fe 和 Zn 的含量很高,表明桂花除了能够对人体带来氨基酸、维生素等有机营养成分外,也能为人体提供大量必需的微量元素,可见桂花具有较高的综合营养价值。而对人体有害的元素 Al、Cr、Ni、As、Cd、Ba 和 Pb 等在桂花中均有检出,其中 Al、Ni、Ba 和 Pb 的含量均在 2 mg/kg 以上,Al 的含量甚至达到 390 mg/kg,表明大量食用桂花也会对人体健康造成一定的危害。本试验与范文秀^[4]、杨秀莲^[5]、叶诚^[6]等对桂花中元素含量测定的结果均显示桂花中富集多种对人体有益及有害的元素。杨秀莲等^[5]曾对 25 个不同的桂花品种进行了研究,发现由于树体及土壤中营养成分积累不同,不同年份、不同地点,甚至同一棵树上不同花瓣中的矿质元素含量差异极大。

3 结论

桂花经微波消解后,以 ICP-OES/ICP-MS 测定了其中的 46 种元素。本方法检出限低,精密度和准确度高,简便快速,适用于桂花中多种微量元素的同时测定。从测定结果可知,桂花中富含多种有益微量元素,具有较高的营养价值;同时也含有多钟有害元素,且 Al、Ni、Ba 和 Pb 的含量比较高,表明大量食用桂花也会对人体健康造成一定的危害。这种元素富集的形成原因可能与桂花的品种、种植的土壤、气候条件及树木本身的生长情况等有关,具体原因及影响因素仍有待进一步研究。

参考文献

[1] 王丽梅,叶诚,鄢又玉. 桂花总黄酮对油脂抗氧化作用研究[J]. 安徽农业科学, 2012(30): 14 969-14 970.

[2] 徐继明,吕金顺. 桂花精油化学成分研究[J]. 分析试验室, 2007, 26(1): 37-41.

[3] 孙宝军,李黎,韩远记,等. 上海桂林公园桂花芳香成分的 HS-SPME-GC-MS 分析[J]. 森林与环境学报, 2012, 32(1): 39-42.

[4] 范文秀,俞露,谷永庆. 桂花中微量元素的光谱测定[J]. 广东微量元素科学, 2004, 11(8): 52-55.

[5] 杨秀莲,赵飞,王良桂. 25 个桂花品种花瓣营养成分分析[J]. 福建林学院学报, 2014, 34(1): 5-10.

[6] 叶诚,张霖,王鹏,等. 不同品种桂花氨基酸及微量元素含量比较研究[J]. 食品工业, 2013(6): 203-205.

[7] 陈福北,何飞龙,黄巧燕. 微波消解 ICP-AES/ICP-MS 法同时测定卷柏中的 24 种无机元素[J]. 食品与机械, 2012, 28(5): 102-103.

小,不影响分级精度,也不影响圆柱形筛条轴的正常运转,所以圆柱形筛条轴和锥形筛条轴的变形都在允许范围内,不需要额外加支撑。

3 实验验证

3.1 实验方案

实验所用的大枣为灵武大枣,直径为20~31 mm。选500枚大枣作为试验总样本,分为5组,每组100枚。实验所用的测量工具为德国美耐特公司生产的MNT-150型游标卡

尺300 mm/0.02 mm。记录实验数据见表2。

3.2 结果与分析

由表2可知,直径20~25 mm的枣全部落入一号储料斗,分级效率为100%;25~28 mm的枣个别落入一号储料斗,绝大部分落入二号储料斗,无落入三号储料斗,分级效率为98.5%;28~31 mm的枣无落入一号储料斗,个别落入二号储料斗,绝大部分落入三号储料斗,分级效率为98%。综合分级率在98%以上。实验证明该设备满足企业生产要求。

表 2 实验数据
Table 2 Experiment data

组号	一号储料斗			二号储料斗			三号储料斗		
	20~25 mm	25~28 mm	28~31 mm	20~25 mm	25~28 mm	28~31 mm	20~25 mm	25~28 mm	28~31 mm
1	30	1	0	0	39	0	0	0	30
2	30	0	0	0	40	2	0	0	28
3	30	2	0	0	38	0	0	0	30
4	30	0	0	0	40	0	0	0	30
5	30	0	0	0	40	1	0	0	29

4 结论

(1) 本试验所设计的大枣自动分级设备具分级效率高、平稳性能好、结构简单的特点,同时避免了滚筒栅条式划伤枣皮的问题。

(2) 通过试验统计大枣的直径范围,确定大枣分级层次。通过静摩擦系数的试验,选出最佳辊轴材料以及合适的辊轴倾斜角,解决了根据个人经验选辊轴材料、倾斜角问题。

(3) 对于形状过圆的枣该设计可能会产生串级现象。如何避免该串级现象,将是下一步研究的重点。

参考文献

[1] 毕金峰. 高新技术在枣加工中的应用研究进展[J]. 食品与机械, 2010, 26(1): 164-167.
[2] 王玉英. 受欢迎的大枣生食品种——冬枣[J]. 北京农业, 1997(5): 23.
[3] 施健, 何建国. 基于计算机视觉鲜枣大小分级系统研究[J]. 食品与机械, 2013, 29(5): 134-137.

[4] 田绪顺. 基于机器视觉的红枣双面检测分级装置设计[J]. 食品与机械, 2012, 28(5): 138-140.
[5] 李湘萍. 6ZF-0.5型红枣分级机的实验研究[J]. 山西农机学术报, 2000(14): 3-5.
[6] 何鑫, 史建新. 6FG-900型核桃分级机的原理与实验[J]. 新疆农业大学学报, 2010, 33(3): 268-271.
[7] 周晓蓉. 5BF-3型水果分级机的试验研究及机理分析[D]. 广西: 广西大学, 2006: 7-19.
[8] 张惠, 贾首星, 郑炫, 等. 红枣各阶段分级设备应用现状[J]. 江苏农业科学, 2014(2): 341-343.
[9] 李整民, 陈琼花. 滚筒式咖啡剥皮机对咖啡豆的损伤机理[J]. 食品与机械, 1993(2): 30-31.
[10] 马利平, 赵艳平. 滚筒式分级机摩擦滚轮模糊可靠性设计[J]. 食品与机械, 2014, 30(5): 122-125.
[11] BAIETTO M, WILSON A D. Electronic-Nose Applications for Fruit Identification, Ripeness and Quality Grading[J]. Sensors (Basel, Switzerland), 2015, 1(15): 899-931.
[12] 崔保健, 王泽河, 李志强. 大枣分选机设计[J]. 中国农机化学报, 2014(1): 212-215.

(上接第69页)

[8] 张六一, 付川, 杨复沫, 等. 微波消解 ICP-OES 法测定 PM2.5 中金属元素[J]. 光谱学与光谱分析, 2014(11): 3 109-3 112.
[9] 袁波, 徐红斌, 孙凯峰, 等. 水提法提取—电感耦合等离子体质谱法测定婴幼儿配方奶粉中的碘[J]. 食品与机械, 2015, 31(2): 130-133.
[10] 徐伟, 李育珍, 段太成, 等. 电感耦合等离子体质谱法测定高纯二氧化锡电极材料中痕量金属杂质离子[J]. 分析化学, 2015(9): 1 349-1 352.
[11] 成勇, 袁金红, 肖军, 等. 微波消解—电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)测定矿石中金和银[J]. 中国无机分析化学, 2012, 2

(1): 51-54.
[12] 高燕, 张英新, 徐锁平, 等. 硝酸铅沉淀/ICP-MS 法测定高纯铅中 18 种杂质[J]. 分析试验室, 2013(3): 111-114.
[13] 陈雪, 王军, 冯流星, 等. 同位素稀释-电感耦合“冷”等离子体质谱法准确测定人血清中钾、钙、镁的含量[J]. 质谱学报, 2016, 37(1): 31-36.
[14] 程秀花, 王海蓉, 黎卫亮, 等. 电感耦合等离子体质谱法测定硒时多元素干扰的碰撞/反应研究及其在地质样品中的应用[J]. 冶金分析, 2015, 35(12): 5-9.
[15] 董喆, 李梦怡, 潘炜娟, 等. 电感耦合等离子体质谱法测定化妆品中的 37 种元素[J]. 日用化学品科学, 2015, 38(6): 20-25.