

奶粉中5种营养元素的微波消解 火焰原子吸收测定法

【实验·监测与检验】

张丽敏

摘要 目的 建立奶粉中5种营养元素的火焰原子吸收测定方法。方法 利用微波消解处理样品,火焰原子吸收法测定奶粉中钙、镁、铁、锌、铜。结果 方法检出限在0.050~0.11 μg/ml,平均回收率为92.8%~103%,样品进行6次平行测定,RSD为0.56%~2.31%。结论 方法具有快速、简便、灵敏、准确的优点,适于奶粉中5种营养元素的测定。

关键词 火焰原子光谱吸收法;营养元素;奶粉

中国图书资料分类号:R115

文献标识码:B

文章编号:1004-1257(2007)22-2048-02

Subject Application of Microwave Digestion - Flame Atomic Absorption Method in the Determination of 5 Nutritional Elements in Milk Powder

Author ZHANG Limin (Nanshan Center for Disease Prevention and Control, Shenzhen, 518054, China)

Abstract [Objective] To establish flame atomic absorption method for determining 5 nutritional elements in milk powder [Methods] Microwave digestion was used to dispose the samples; flame atomic absorption method was applied to determine Ca, Mg, Fe, Zn and Cu milk powder [Results] The detection limit of this method was 0.050~0.11 μg/ml; the average recovery rate was 92.8%~103%; the RSD in the 6 determinations was 0.56%~2.31%. [Conclusion] This method is rapid, simple sensitive and accurate; it is applicable for the determination of 5 nutritional elements in milk powder

Key words Flame atomic absorption method; Nutritional elements; Milk powder

钙、镁、铁、锌、铜等微量元素是人体必需营养元素,这些元素在奶粉中的含量也是其产品的重要营养指标。利用微波消解火焰原子吸收法测定奶粉中钙、镁、铁、锌、铜,具有快速、准确、灵敏等优点,现报告如下。

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂 PE-AA800原子吸收分光光度计(美国PE公司);钙、镁、铁、锌、铜空心阴极灯(美国PE公司);CEM-MARS 5微波消解仪(美国酷安公司);XT-9800型多用预处理加热仪;各元素标准储备液均购于国家标准物质研究中心[Cu-GBW08615, Fe-GBW08616, Zn-GBW08620, Ca-GBW(E)080118, Mg-GBW(E)080126其中Cu, Fe, Zn 1000 mg/L,临用前用1+99硝酸稀释成100 mg/L的标准应用液;Ca, Mg 100 mg/L];硝酸(优级纯);过氧化氢(优级纯);硝酸镧(La(NO)₃·6H₂O分析纯,含氧化镧44%),配成50 g/L氧化镧溶液;Milli-Q纯水机,18.2 MΩ·cm超纯水。

实验所用玻璃器皿均以(1+4)硝酸浸泡24 h,蒸馏水冲洗后再用去离子水冲洗2~3次,晾干备用。

1.2 仪器工作条件 见表1。

表1 仪器工作条件

| 元素 | 波长 (nm) | 狭缝 (nm) | 灯电流 (mA) | 定量 方式 | 空气流量 (L/min) | 乙炔气流量 (L/min) |
|----|------------|------------|-------------|----------|-----------------|------------------|
| 钙 | 422.7 | 0.5 | 6.0 | 峰面积 | 17.0 | 2.2 |
| 镁 | 285.2 | 0.5 | 4.0 | 峰面积 | 17.0 | 2.0 |
| 铁 | 248.3 | 0.2 | 8.0 | 峰面积 | 17.0 | 2.0 |
| 锌 | 213.9 | 0.5 | 4.0 | 峰面积 | 17.0 | 2.0 |
| 铜 | 324.3 | 0.2 | 15.0 | 峰面积 | 17.0 | 2.1 |

1.3 样品前处理 称取奶粉样品0.5 g左右,于特氟隆溶样杯内,加入3 ml硝酸和1 ml过氧化氢摇匀,静置1 h装好消化罐,按一定程序进行微波消解。微波消解工作条件见表2。消解完毕后,冷却至40℃以下,取出内杯于100℃恒温的多用预处理加热仪上,至消解液冒白烟赶尽NO_x,将消解液移入10 ml具塞试管中,纯水定容制备成消化原液,同时做试剂空白。

表2 微波消解工作条件

| 程序 | 功率 (W) | 温度 (℃) | 升温时间 (min) | 保持时间 (min) |
|----|-----------|-----------|---------------|---------------|
| 1 | 300 | 130 | 8.0 | 5.0 |
| 2 | 600 | 170 | 10.0 | 10.0 |

1.4 样品分析 将仪器调至最佳工作状态,将试剂空白、标准系列、样品溶液分别导入仪器中,样品溶液依据各元素测定线性范围做不同倍数的再稀释;以消化原液直接进行铜的测定,铁、锌的测定需用1+99硝酸将原液再稀释10倍,镁再稀释25倍,而钙的测定则需将消化原液再稀释50倍,并在其中加入0.5 ml硝酸镧溶液。计算机自动绘制标准曲线,并依据样品测定的峰面积计算出试样中待测元素的含量。

1.5 结果计算

$$X = \frac{(C - C_0) \times V}{m} \times F$$

式中:X—样品中待测元素含量,mg/kg; C—试样中待测元素含量,μg/ml; C₀—空白中待测元素含量,μg/ml; V—消化原液定容体积,ml; m—称样量,g; F—稀释倍数。

作者简介:张丽敏,女,副主任技师,主要从事卫生理化检验工作。

作者单位:广东省深圳市南山区疾病预防控制中心理化检验科,518054

2 结果与讨论

2.1 样品前处理的条件选择 利用微波溶样技术不仅可以迅速

速破坏样品中的有机物质,而且可以有效地防止易挥发组分的遗失。据有关资料报道^[1,2],在常用的消解试剂中硫酸、盐酸和高氯酸等在测定中会有一些的干扰,所以本实验选择硝酸-过氧化氢体系,其比例为3+1。使用该体系不但试剂用量少,而且消解完全。同时比较加热功率、消解温度和消解时间对消解效果的影响,选择在表2所示条件下进行样品消解,消解液可以满足分析要求。样品消解液可以同时测定多种微量元素,实验证明微波消解即方便、快捷,又经济。

2.2 标准曲线与检出限 按表3所示浓度配制各元素的标准系列。

表3 标准系列浓度(μg/ml)

| 测定元素 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
|------|------|------|------|------|-------|
| 钙 | 0.50 | 1.00 | 2.00 | 5.00 | 10.00 |
| 镁 | 0.10 | 0.20 | 0.50 | 1.00 | |
| 铁 | 0.20 | 0.50 | 1.00 | 2.00 | 5.00 |
| 锌 | 0.10 | 0.20 | 0.50 | 1.00 | 2.00 |
| 铜 | 0.20 | 0.50 | 1.00 | 2.00 | 5.00 |

将标准溶液导入火焰,选定特征波长,测得吸光度。以吸光度值为纵坐标,标准溶液浓度为横坐标,计算机自动绘制出标准曲线。将试剂空白重复测定11次计算方法检出限。结果见表4。

表4 标准系列测定结果

| 测定元素 | 回归方程 | 相关系数 | 检出限(μg/ml) |
|------|----------------------|--------|------------|
| 钙 | $Y=0.03993X+0.03360$ | 0.9996 | 0.098 |
| 镁 | $Y=0.76431X+0.01438$ | 0.9998 | 0.087 |
| 铁 | $Y=0.05785X-0.00025$ | 0.9994 | 0.110 |
| 锌 | $Y=0.35179X+0.01562$ | 0.9997 | 0.050 |
| 铜 | $Y=0.07734X+0.00230$ | 0.9999 | 0.100 |

2.3 方法精密度、准确度 取同一样品进行平行测定(n=6),计算相对标准偏差RSD%,准确称取0.500g奶粉样品6份向其中加标后,按样品测定,进行加标回收实验,结果见表5。

表5 精密度和回收率(n=6)

| 元素 | 本底含量(mg/100g) | RSD(%) | 加标量(mg/100g) | 加标后含量(mg/100g) | 平均回收率(%) |
|----|---------------|--------|--------------|----------------|----------|
| 钙 | 467.0 | 2.31 | 50.0 | 510.0 | 98.6 |
| 镁 | 65.2 | 0.56 | 10.0 | 72.3 | 96.1 |
| 铁 | 7.98 | 1.22 | 2.0 | 10.3 | 103.0 |
| 锌 | 5.65 | 1.90 | 1.0 | 6.17 | 92.8 |
| 铜 | 0.362 | 0.78 | 0.1 | 0.448 | 97.0 |

2.4 共存元素的干扰与消除 据文献报道^[3-5]铝、铁、磷、硅的存在会对钙测定产生干扰,加入镧盐或锶盐作为干扰抑制剂,可以有效地消除干扰,从而提高了测定灵敏度和稳定性。本文在测定钙时使用50g/L氧化镧溶液作干扰抑制剂,实验中应注意标准系列与样品所用镧盐浓度要一致。奶粉中其他共存离子不影响上述元素的测定。

3 小结

用微波消解火焰原子吸收法测定奶粉中的钙、镁、铁、锌、铜含量,试验结果表明,该方法快速、简便、灵敏,数据准确可靠,便于基层推广。

4 参考文献

- [1] 孙玉岭,刘景振.微波溶样在元素检测方面的应用研究.中国公共卫生,2002,18(2):231-232
- [2] 牛江梅,沈乐琴,郭桂花.食品中、铁、锌、铜原子吸收测定法的多元素消解模式研究.中国卫生检验杂志,2003,13(5):575-585
- [3] 店小凤.火焰原子吸收法同时测定小儿头发中的锌、铁和钙.微量元素与健康研究,2004,21(2):137-139
- [4] 杨忠乔,孙卫萍.悬浮样品进样-火焰原子吸收法直接测定奶粉中的钾钠钙镁.中国公共卫生,2000,16(8):730
- [5] 李敏,王美茜,刘宁,等.火焰原子吸收法测定补钙制品中的钙及其干扰抑制.中国公共卫生,2001,17(8):759-760

(收稿:2006-12-07)

(本文编辑:张军)

热法测定水中硫酸盐的方法探讨

【实验·监测与检验】

蒋巴峰,张春雨,姚正堂

关键词 硫酸盐;热法;改进

中国图书资料分类号:R115

文献标识码:B

文章编号:1004-1257(2007)22-2049-02

在酸性溶液中,铬钡与硫酸盐反应生成硫酸钡沉淀及铬酸根离子。将溶液用氨水中和至偏碱性后,将多余的铬酸钡和生成的硫酸钡过滤除去,滤液中则含有被硫酸根所取代出的黄色铬酸根离子,根据其颜色深浅进行比色定量。为了除去水样中碳酸盐的干扰,需在试样中加酸煮沸,使碳酸盐分解。因测定中有加热步骤,这一方法被称之为热法。《生活饮用水卫生规

范》^[1]中测定硫酸盐的分光光度法即用此法。国家标准方法操作繁杂,加热方式欠佳,特别在用电炉加热过程中易沸瀑等,对此,我们进行了改进,(改进法为本法),并作了精密度和准确度试验。现将实验过程报告如下。

1 实验部分

1.1 试剂与仪器 试剂:测定中所用的试剂和仪器,与国家标准法相同;仪器:50ml比色管,721型分光光度计,水浴锅。

1.2 操作步骤 取25ml样品液于50ml比色管中。另吸取

作者简介:蒋巴峰,男,检验师,主要从事卫生检验工作。

作者单位:江苏省无锡市惠山区疾病预防控制中心,214174