

火焰原子吸收法测定食品中镁分析方法的改进

毛红 马腾蛟

(北京市卫生防疫站,北京 100013)

目前,食物中铁、镁、锰的测定方法的食品卫生国家标准(GB 12396—90)中,试样经酸消化后直接上机测定,忽略了某些食品试样中基体复杂而带来的干扰,依照其方法测定镁,试样回收率不足50%。为此,我们较系统地研究了火焰原子吸收法测定食品中镁的方法,研究了食品试样中共存离子的干扰,找到了干扰离子并选择了基体改进剂,使干扰离子得到了有效的抑制。本方法测定试样的回收率为97%~103%。

1 材料与方法

1.1 试剂 实验用水均为超纯水,试剂为优级纯。国家一级标准物质 茶叶(GBW 08505)、甘兰(GBW 08504)、小麦粉(GBW 08503)、猪肝(GBW 08551)。盐酸硝酸混合酸 硝酸+高氯酸(4+1),硝酸溶液(0.5 mol/L) 量取32 mL硝酸,加水稀释至1 000 mL。镧溶液 称取 La_2O_3 11.75 g,加盐酸20 mL溶解后加水定容至1 000 mL。镁标准溶液 1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ (国家标准物质研究中心)。

1.2 仪器 AMS—9442 型火焰原子吸收分光光度计(北京苏晖仪器有限公司),带586计算机,EPSON LQ—450K 打印机,电热板,Mini-pore Plus 2150型超纯水器。(密理博公司)

1.3 试样预处理 称取试样1~5 g(5~10 mL)于锥形瓶中,加10 mL混合酸放置过夜。次日置电热板上加热消化,如未消化完全,适当补加硝酸继续消化,直到溶液呈无色透明为止。待液体体积近1~2 mL时取下冷却,冷却后用水转移到25 mL容量瓶中,再加入5 mL镧溶液,最后用水定容至刻度。摇匀备用(同时做空白实验)。

1.4 标准系列

1.4.1 吸取1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 镁标准溶液5 mL于100 mL容量瓶中,用0.5 mol/L硝酸溶液定容至刻度(此溶液浓度为50 $\mu\text{g}/\text{mL}$)。

1.4.2 分别吸取50 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 镁标准溶液0.00、0.20、1.00、2.00、3.00、4.00 mL于10 mL比色管

中,各加入2 mL镧溶液,最后用0.5 mol/L硝酸溶液定容至刻度。标准系列浓度 0.00、1.00、5.00、10.00、15.00、20.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

1.5 仪器条件

波长 285.2 nm,通带宽度 0.2 nm,灯电流 3.0 mA,乙炔压力 0.05 MPa,负高压 244.6 V,空气压力 0.20 MPa,火焰高度 5.0 mm,积分时间 2.0 s,燃烧器角度 60°。

1.6 采用校正曲线法定量

$$X = \frac{(C - C_0) \times V \times f \times 100}{m \times 1\,000}$$

式中:

X:试样中镁含量,mg/100g;

C:测定用试样消化液中镁含量, $\mu\text{g}/\text{mL}$;

C_0 :消化空白液中镁含量, $\mu\text{g}/\text{mL}$;

V:试样定容体积,mL;

f:稀释倍数;

m:试样质量,g;

100/1 000:折算成每100 g中镁的含量,以mg计。

2 结果与讨论

2.1 线性范围、方法的检出限 本方法线性范围宽,为0.00~20.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$, $r=0.9998$ 。方法的最低检出限为0.034 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

2.2 方法的准确度与精密度

2.2.1 方法的准确度 分别选择国家标准物质:茶叶(GBW 08505)、甘兰(GBW 08504)、小麦粉(GBW 08503)、猪肝(GBW 08551)进行测定,结果见表1。

由实验结果表明:测定值均在真值范围内,回收率为97%~103%。

2.2.2 方法的精密度

准确称取标准物质甘兰7份进行测定,结果见表2。

表1 标准物质测定结果 $\mu\text{g/g}$

标物名称	测定次数	测定值范围	平均值	真值
茶叶	3	2173.07 ~ 2312.99	2244.92	2240 \pm 190
甘兰	11	1822.54 ~ 1846.22	1837.43	1840 \pm 20
小麦粉	3	547.62 ~ 566.47	554.75	551 \pm 21
猪肝	3	740.27 ~ 754.84	747.00	747 \pm 52

表2 方法的精密度测定结果 $\mu\text{g/g}$

测定次数	1	2	3	4	5	6	7
测定值	1829.04	1831.56	1848.51	1832.75	1822.54	1841.02	1846.22

$$\bar{x} = 1835.95 \quad s = 9.54 \quad RSD(\%) = 0.52$$

2.3 共存离子的影响 针对食品基体复杂的特点,对13种离子进行了干扰实验。往5 $\mu\text{g/mL}$ 镁标准溶液中加入不同浓度的离子,结果见表3。

表3 共存离子的影响

离子	加入量 $\mu\text{g/L}$	误差 %	离子	加入量 $\mu\text{g/L}$	误差 %
Ca^{2+}	500	6.45	Fe^{3+}	30	3.61
NaCl	3000	1.3	Mn^{2+}	10	0.45
K^{+}	800	0.00	Cd^{2+}	1	-2.03
Zn^{2+}	30	-4.74	Hg^{+}	1	5.99
As^{3+}	1	0.68	P^{5+}	500	-60.04
Pb^{2+}	1	-1.13	P^{5+}	1000	-61.85

由实验结果表明:绝大部分离子不干扰镁的测定,误差小于7%;但P浓度大于500 $\mu\text{g/mL}$ 时,产生了负干扰,误差大于60%。

2.4 基体改进剂的选择

2.4.1 基体改进剂对镁测定的影响

为消除P离子的干扰,我们选择了镧溶液做基体改进剂,由实验结果表明,镧溶液浓度从0.5%~3.0%(g/L)对镁的测定均无影响,结果见表4。

2.4.2 基体改进剂浓度的选择

分别往5 $\mu\text{g/mL}$ 镁标准溶液和5 $\mu\text{g/mL}$ + 镁标准溶液1000 $\mu\text{g/mL}$ 磷溶液中加入不同浓度的镧溶液进行测定,结果见表4。

由实验结果表明:镧溶液浓度大于等于2%时,可有效地消除磷的干扰,故选择2%镧溶液为本实验基体改进剂的浓度。

2.5 两种测定方法的比较

分别称取国家标准物质茶叶两套各三份,按照本方法经相同试样预处理后,一套加镧溶液,另一套

表4 镧对镁测定的影响及浓度的选择

镧加入量 %	A (Mg)	A (Mg + P)
0.0	0.536	0.149
0.5	0.536	0.269
1.0	0.534	0.449
1.5	0.537	0.513
2.0	0.536	0.536
2.5	0.537	0.538
3.0	0.539	0.535

注:A—测定试样的吸光度值

不加镧溶液后上机测定,结果见表5。

表5 两种测定方法的比较 $\mu\text{g/g}$

测定方法	测定值	真值	回收 %
不加镧	808.0	2240 \pm 7	36
	749.4		35
	817.4		36
加镧	2313.0	2240 \pm 17	103
	2173.1		97
	2248.7		100

由实验结果表明:不加基体改进剂镧溶液,试样测定的回收率只有35%~36%,试样中共存离子严重干扰镁的测定;加入镧溶液后,有效地抑制了被测试样中共存离子的干扰,使镁的测定回收率提高到97%以上。

3 实际试样的测定 我们将本文所建方法应用在我市食品卫生监督检验中,部分结果见表6。

表6 试样测定结果 $\text{mg}/100\text{g}$

试样名称	含量	试样名称	含量
小 米	285	饼 干	99
绿 豆	184	羊 肉 串	74
花 生	117	蜂 花 粉	87
茯苓夹饼	107	糖 脂 平	370
蜗 牛	78	生命活力素	30mg/100mL

4 结论 食品试样中共存离子磷严重地干扰镁元素的测定,选用加入2%镧溶液做基体改进剂测定食品中镁,有效地抑制了干扰,提高了分析方法的回收率。本文建立的火焰原子吸收分光光度法测定食品中镁,操作简单,速度快,方法的准确度高,重现性好,该方法适合各类食品试样,易于推广使用。

参考文献:

[1] 李述信, 等原子吸收光谱分析中的干扰及消除方法

中图分类号: O657.31, O614.22 文献标识码: B 文章编号: 1004-8456(2001)01-0023-03

《中国食品卫生杂志》若干问题的规定

根据国家标准和本刊的学科要求, 特就学术论文中的一些问题作以下明确规定。

1 以下场合外文字母要用斜体

1.1 用字母表示数及一般函数、矩阵符号, 代表点、线、图的字母

例: $x, y, F(t)$, 矩阵 A

P 点, ABC 等

统计学符号 $\bar{x}, s, t, F, P, \chi^2, r$ 等。

1.2 量符号及量符号中代表量和变动性数字的下角标符号

例: 质量 $m, E_i (i = 1, 2, 3)$

吸光度 A

1.3 生物学中属以下(含属)的拉丁学名

喇叭贝 (*Charonia sauliae*)

棘皮动物海星 (*Astropecten polyacanthus*)

1.4 化学中表示旋光性, 分子构型, 取代基位置等的符号, 其符号后常紧随半字线“ - ”。

例: 左旋 $d-$ 对位 $p-$ 等

2 数字三位分节法

根据《关于出版物上数字用法的规定》, 书写数字实行三位分节法, 但年份、页数、部队番号、仪表型号、标准号等不用三位分节法。

例: 2 431, 0.452 3。

3 时间符号

文字叙述中秒、分钟、小时、天、等时间符号一律用英文代替, 如 s、min、h、d 等。

用作分母时, 原则上应与分子的计量单位表示法统一, 即分子、分母的计量单位或同用中文或同用符号。

例: 次/日, r/min, mg/d, $\mu\text{g}/\text{kg BW}$ 等。