

火焰原子吸收光谱法测定 婴幼儿营养米粉中的铁和锌

王芳权, 申屠超

(浙江树人大学生物与环境工程学院, 浙江杭州 310015)

摘要: 采用低温消化、乳化法处理婴幼儿营养米粉样品, 用火焰原子吸收光谱法测定其铁、锌的含量, 铁的回收率为 92.7%~96.6%, 锌的回收率为 93.3%~98.2%, 测定结果准确可靠。本法处理样品的耗酸量少, 仅需传统消化法耗酸量的五分之一左右, 微波消化法耗酸量的五分之二左右, 大大减少了对环境的污染。

关键词: 火焰原子吸收光谱法, 低温消化-乳化, 婴幼儿营养米粉, 铁, 锌

Abstract: Low-temperature digestion with emulsification was used as the pretreatment of infant cereal samples for measurement of Fe and Zn by using flame atomic absorption spectrometry. The recovery for Fe ranged from 92.7% to 96.6%, and Zn from 93.3% to 98.2%, indicating high reliability for Fe and Zn measurement. Comparing to conventional method, this pretreatment procedure needed only small amount of acid which is 20% of acid used in conventional method and 40% of the acid used in microwave digestion. Less acid can minimize the environmental impact.

Key words: flame atomic absorption spectrometry; low-temperature digestion; emulsification; infant cereal; iron; zinc

中图分类号: TS207.3 文献标识码: A
文章编号: 1002-0306(2006)06-0169-03

随着人们生活水平的提高, 金属微量元素与健康的关系日益受到人们的广泛重视。人体所必需的金属微量元素是生物体内维持其正常生命活动所不

收稿日期: 2006-02-15

作者简介: 王芳权(1956-), 女, 高级讲师, 主要从事分析化学、无机化学等课程的教学和分析测试方法研究。

基金项目: 浙江省分析测试基金项目(合同号 04080)

Microbiol, 2003, 81: 113~121.

[7] Schoeller N P, Ingham S C. Comparison of the Baird-Parker agar and 3M™ Petrifilm™ rapid *S.aureus* count plate methods for detection and enumeration of *Staphylococcus aureus*[J]. Food Microbiol, 2001, 18: 581~587.

可缺少的, 当某种元素长期低于或高于其限量时, 往往会导致某一生理功能的降低, 并导致多种疾患。例如: 长期缺铁, 可致缺铁性贫血, 并使小儿发育受阻、免疫功能下降, 缺锌时往往表现为味觉减退、食欲缺乏、厌食, 从而阻碍儿童的生长和智力发育^[1-3]。向婴幼儿营养米粉中加入一些人体所必须的微量元素, 使其成为营养成分更加丰富全面的强化食品, 是目前社会上很流行的补充微量元素的措施。因此, 国标中规定了对铁、锌等微量元素进行检测, 以衡量婴幼儿营养米粉产品质量。传统的样品处理方法是灰化法或消化法, 均有耗时长、操作繁琐的缺点, 且消化法对环境污染大。在现行的国标(GB/T 5413.21-1997)中, 仍采用灰化法处理婴幼儿配方食品和乳粉样品^[4]。因此, 本文探索用低温消化、乳化法处理婴幼儿营养米粉样品, 旨在寻找一种准确可靠、简便快速、经济环保的测定方法。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

过氧化氢、硝酸、高氯酸 GR, 1000 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 铁标准溶液, 1000 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 锌标准溶液。

HP-3510 型原子吸收分光光度计, HH-2 型数显恒温水浴锅, AB204-N 型电子分析天平。

1.2 仪器工作条件

见表 1。

1.3 婴幼儿营养米粉样品的处理方法

准确称取婴幼儿营养米粉样品 1.0000g 左右, 置

[8] Buyser M L, Audinet N, Delbart M O, et al. Comparison of selective culture media to enumerate coagulase-positive staphylococci in cheeses made from raw milk [J]. Food Microbiol, 1998, 15: 339~346.

表1 仪器工作条件

元素	分析线(nm)	灯电流(mA)	空气流量(L·min ⁻¹)	乙炔流量(L·min ⁻¹)	狭缝宽度(nm)	信号方式
Fe	248.3	8	6.00	1.25	0.7	AA-BG
Zn	213.9	5	6.00	1.25	0.7	AA-BG

表2 消化剂用量选择的实验

编号	消化剂	用量(mL)	现象
1	H ₂ O ₂ +HNO ₃	5.00+0.50	清亮度较好、有微量小颗粒、有油滴
2	H ₂ O ₂ +HNO ₃	5.00+0.75	清亮度好、有油滴
3	H ₂ O ₂ +HNO ₃	5.00+1.00	清亮度好、有白色油滴
4	H ₂ O ₂ +HNO ₃	4.00+0.75	清亮度较好、有微量小颗粒、有油滴
5	H ₂ O ₂ +HNO ₃	5.00+0.75	清亮度好、有油滴
6	H ₂ O ₂ +HNO ₃	6.00+0.75	清亮度好、有油滴

于100mL锥形瓶中,加入25.00mL过氧化氢和3.75mL硝酸,于100℃水浴锅中消化65min,然后加入5%AEO-9乳化剂25.00mL,继续加热40min。取出,冷却后转入100mL容量瓶中定容。

1.4 标准系列溶液的配制

铁标准系列溶液的浓度分别为0.00、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00μg·mL⁻¹。

锌标准系列溶液的浓度分别为0.00、0.25、0.50、0.75、1.00μg·mL⁻¹。

1.5 分析测定

在选定的仪器工作条件下,测定标准溶液和样品溶液的吸光度。

2 结果与讨论

2.1 消化剂加入顺序的实验

婴幼儿营养米粉的样品质量均为0.2000g,水浴温度为100℃,消化剂用量分别为5.00mL H₂O₂, 2.00mL HNO₃, 0.25mL HClO₄。每加入一种消化剂后于沸水中加热20min,分别以H₂O₂、HNO₃、HClO₄; H₂O₂、HClO₄、HNO₃; HNO₃、H₂O₂、HClO₄; HNO₃、ClO₄、H₂O₂; HClO₄、H₂O₂、HNO₃; HClO₄、HNO₃、H₂O₂的加入顺序进行实验,实验表明,加入消化剂的最佳顺序为H₂O₂、HNO₃、HClO₄。

2.2 消化剂加入方式的实验

婴幼儿营养米粉的样品质量均为0.2000g,水浴温度为100℃,消化剂用量分别为5.00mL H₂O₂, 2.00mL HNO₃, 0.25mL HClO₄。每加入一次消化剂后

于沸水中加热20min,分别以H₂O₂、HNO₃、HClO₄; H₂O₂+HNO₃、HClO₄; H₂O₂、HNO₃+HClO₄; H₂O₂+HNO₃+HClO₄; H₂O₂+HNO₃的加入方法进行实验,实验表明,选用同时加入5.00mL H₂O₂和2.00mL HNO₃进行消化样品为佳。

2.3 消化剂用量的实验

婴幼儿营养米粉的样品质量均为0.2000g,加热时间均为65min,水浴温度为100℃,其实验情况见表2。

实验表明,H₂O₂用量为5.00mL、HNO₃用量为0.75mL时对样品进行消化为佳。

2.4 消化时间选择的实验

婴幼儿营养米粉的样品质量均为0.2000g,水浴温度为100℃,消化剂用量H₂O₂为5.00mL,HNO₃为0.75mL。当消化时间为60min时溶液中仍有少量漂浮颗粒,到60min时溶液澄清,清亮度好,而到75min时溶液呈浅黄色。实验表明,消化时间以65min为佳。

2.5 5%AEO-9乳化剂用量的选择实验

婴幼儿营养米粉的样品质量均为0.2000g,水浴温度为100℃,消化剂用量H₂O₂为5.00mL,HNO₃为0.75mL,消化时间为65min。当5%AEO-9乳化剂用量为20mL时,溶液清亮度差;乳化剂用量为25mL时,溶液清亮度好;而乳化剂用量为30mL时,溶液泡沫较多。实验表明,5%AEO-9乳化剂的最佳用量为25.00mL。

2.6 5%AEO-9乳化剂乳化时间的实验

表3 Fe标准系列溶液的吸光度和相关系数

Fe标准溶液浓度(μg·mL ⁻¹)	0.00	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00
吸光度A	0.000	0.053	0.111	0.159	0.200	0.236
相关系数			0.9962			

表4 婴幼儿营养米粉样品中Fe的测定数据

样品编号	样品质量(g)	吸光度(A)	Fe浓度(μg·mL ⁻¹)	Fe含量(μg·g ⁻¹)	Fe平均含量(μg·g ⁻¹)
1	0.9995	0.043	0.7986	79.90	73.87
2	0.9990	0.040	0.7429	74.36	
3	0.9998	0.038	0.7057	70.59	
4	0.9992	0.038	0.7057	70.63	

表5 Zn标准系列溶液的吸光度和相关系数

Zn标准溶液浓度($\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$)	0.00	0.25	0.50	0.75	1.00
吸光度 A	0.000	0.060	0.130	0.194	0.243
相关系数			0.9984		

表6 婴幼儿营养米粉样品中Zn的测定数据

样品编号	样品质量(g)	吸光度(A)	浓度($\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$)	Zn含量($\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$)	Zn平均含量($\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$)
1	0.9995	0.087	0.3434	34.36	35.75
2	0.9990	0.092	0.3632	36.35	
3	0.9998	0.093	0.3671	36.72	
4	0.9992	0.090	0.3553	35.55	

表7 Fe回收率实验

样品编号	样品质量(g)	吸光度(A)	测定的Fe浓度($\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$)	测定的Fe含量($\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$)	加入Fe标液量($\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$)	回收Fe的量($\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$)	Fe回收率(%)
1	1.0014	0.142	2.637	263.3	200.10	189.43	94.45
2	1.0023	0.140	2.600	259.4	200.20	185.53	92.67
3	1.0006	0.143	2.656	265.4	200.04	191.53	95.74
4	1.0003	0.144	2.674	267.3	200.16	193.43	96.64

表8 Zn回收率实验

样品编号	样品质量(g)	吸光度(A)	测定的Zn浓度($\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$)	测定的Zn含量($\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$)	加入Zn标液量($\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$)	回收Zn的量($\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$)	Zn回收率(%)
1	1.0014	0.210	0.8289	82.78	49.93	47.03	94.19
2	1.0023	0.209	0.8250	82.31	49.89	46.56	93.33
3	1.0006	0.215	0.8487	84.82	49.97	49.07	98.20
4	1.0003	0.214	0.8447	84.45	49.99	48.70	97.42

婴幼儿营养米粉的样品质量均为0.2000g,水浴温度为 100°C ,消化剂用量 H_2O_2 为5.00mL, HNO_3 为0.75mL,消化时间为65min,5%AEO-9乳化剂为25.00mL。当乳化时间为35min时溶液中有少量油滴,冷却后不是很澄清,到40min时溶液中油滴消失,冷却后澄清,清亮度好。实验表明,5%AEO-9乳化剂的乳化时间以40min为佳。

2.7 婴幼儿营养米粉样品中Fe的测定

表3中列出了Fe标准系列溶液的吸光度和相关系数,其Fe浓度在 $0.00\sim 5.00\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 范围内呈良好的线性关系。

测定婴幼儿营养米粉样品中的Fe,由Fe标准曲线计算出相应的含量,测定数据与结果见表4。

2.8 婴幼儿营养米粉样品中Zn的测定

表5中列出了Zn标准系列溶液的吸光度和相关系数,其Zn浓度在 $0.00\sim 1.00\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 范围内呈良好的线性关系。

测定婴幼儿营养米粉样品中的Zn,由Zn标准曲线计算出相应的含量,测定数据与结果见表6。

2.9 Fe、Zn回收率实验

对婴幼儿营养米粉样品进行Fe、Zn回收率实验的结果见表7、表8。

3 结论

研究表明,采用低温消化、乳化法处理婴幼儿营养米粉样品,用火焰原子吸收光谱法测定其铁、锌的含量,Fe的回收率为92.7%~96.6%,Zn的回收率为93.3%~98.2%,测定结果准确可靠。本法处理样品的耗酸量大为降低,仅需传统消化法耗酸量的五分之一左右,微波消化法耗酸量的五分之二左右,大大减少了对环境的污染。因此,本法具有较大的实用价值和环保意义。

参考文献:

- [1] 迟锡增主编.微量元素与人体健康[M].北京:化学工业出版社,1997,5.
- [2] 苗健,高琦,许思来主编.微量元素与相关疾病[M].郑州:河南医科大学出版社,1997,6.
- [3] 王夔主编.生命科学中的微量元素[M].北京:中国计量出版社,1996.
- [4] 中华人民共和国国家标准.食品卫生检验方法[M].北京:中国标准出版社,1997.GB/T 5413.21-1997.
- [6] 李路铭,等.密封微波溶样导数火焰原子吸收光谱法测定奶粉中的锌和铁[J].分析仪器,1999(2):41~44.
- [7] 刘立行,等.非完全消化-悬浮液进样-火焰原子光谱法测定蘑菇中的钾、镁、锌[J].分析实验室,2002(5):58~60.