

悬浮液进样 - 火焰原子吸收光谱法测定藕粉中的钙和铁

徐 强¹, 谢 妮², 李润国¹, 李国德³

(1. 沈阳师范大学化学与生命科学学院, 辽宁 沈阳 110034;

2. 中国医科大学, 辽宁 沈阳 110001;

3. 沈阳师范大学实验中心, 辽宁 沈阳 110034)

摘 要: 将悬浮液进样技术应用于火焰原子吸收光谱法, 测定了藕粉中的钙、铁含量。将藕粉悬浮于琼脂胶体中制成悬浮液, 直接喷入空气 - 乙炔火焰, 用标准加入法测定钙和铁的加入回收率分别为 97% ~ 106%、92% ~ 101%, 相对标准偏差 3.4%, 方法简便、快速、准确。

关键词: 悬浮液进样; 火焰原子吸收光谱法; 藕粉; 钙; 铁

Determination of Calcium and Iron in Lotus Root Flour by Suspension Sampling - flame Atomic Absorption Spectrometry

XU Qiang¹, XIE Ni², LI Run-guo¹, LI Guo-de³

(1. College of Chemistry and Life Science, Shenyang Normal University, Shenyang 110034, China;

2. China Medical University, Shenyang 110001, China;

3. Experimental Center, Shenyang Normal University, Shenyang 110034, China)

Abstract: In this article, the suspension sampling technique applied to flame atomic absorption spectrometry was successfully used to determine calcium, iron in lotus root flour. The flour was suspended in agar sol and made into suspension. Choice of suspension agent and elimination of interference were studied. The test solution was injected into air-acetylene flame to determine calcium and iron by standard addition method. This method is convenient, rapid and accurate.

Key words: suspension sampling; flame atomic absorption spectrometry; arrowroot flour; calcium; iron

中图分类号: 0657.31

文献标识码: A

文章编号: 1002-6630(2006)06-0190-02

钙和铁是生命必需的元素。由于人们日常膳食结构不同, 易造成钙, 铁的缺乏, 而需要辅助一些保健食品, 因此保健食品中的元素含量测定受到了人们的普遍关注。曾经有人应用悬浮液进样技术测定了粮食, 大豆粉中的微量元素^[1,2], 尚未见到应用于保健食品中元素的测定。本文应用悬浮液进样—火焰原子吸收光谱法对市售藕粉中的钙、铁含量进行了测定, 结果令人满意, 现报道如下。

1 材料与amp;方法

1.1 仪器和试剂

TAS-986型火焰原子吸收分光光度仪 北京普析通

用仪器有限责任公司; 钙标准溶液(1000 μg/ml); 铁标准溶液(1000 μg/ml) 国家钢铁材料测试中心冶金部钢铁研究院; 镧标准溶液(50g/L) La₂O₃ 配制; 琼脂溶液(1.0g/L); 藕粉 购自超市; 样品 广西大发食品有限公司 2005-01-13 生产。

1.2 仪器工作条件

分析线 Ca 422.7nm; Fe 248.3nm; 灯电流 4mA; 光谱带宽 0.4nm; 燃烧器高度 Ca 6mm; Fe 8mm; 空气流量 3.5m³/h; 乙炔流量 0.1m³/h。

1.3 悬浮液制备

取足够量藕粉粉碎过 200 目筛, 直至全部过筛, 准确称取 1g 过筛样品于 25ml 比色管中, 加入少量 1.0g/L

收稿日期: 2005-07-29

作者简介: 徐强(1956-), 男, 副教授, 主要从事分析化学方面的教学和研究。

琼脂溶液,将样品摇起,用1.0g/L琼脂溶液定容;用超声波发生器使样品完全混合均匀。同时,配制一个空白溶液,为区分起见称之为试剂空白。

1.4 方法

在振动条件下,吸取悬浮液5ml 6份于25ml比色管中,各加入1.0g/L琼脂溶液10ml,La溶液1ml,再依次加入Ca²⁺ 0~12.4μg/ml 或Fe²⁺ 0~6.4μg/ml用1.0g/L琼脂定容,振动3min,用试剂空白取代悬浮液,同上配制空白溶液,将各溶液倒入干燥100ml小烧杯中,置电磁搅拌器上,在不断搅拌下喷入火焰,以空白溶液为参比,记录积分5s的吸光度值,绘制标准加入曲线,计算钙和铁的含量。

2 结果与分析

2.1 悬浮液稳定性考查

称取样品1.0g 3份于25ml比色管中,分别以0.5、1.0和1.5g/L琼脂溶液定容,振动5min,静置,计时,目测悬浮液的稳定时间(液面是否有清晰可见的清液层出现,管底是否有沉积物形成,悬浮液本体是否均匀等)依次为15、32、43min。可见,取样品1.0g,以1.0g/L琼脂定容其悬浮液可稳定30min以上,而琼脂浓度加大则稳定时间更长,故本实验选用琼脂浓度为1.0g/L溶液制备悬浮液。

2.2 试液稳定性考查

吸取悬浮液5.0ml 4份于25ml比色管中,分别加入1.0g/L琼脂溶液5、10、15、20ml,以水定容,振动5min,测得其稳定时间依次为5、10、25和43min。考虑到试液的粘度应适中,选用1.0g/L琼脂20ml。为使实验者能从容、方便地完成操作测定,本实验采用在振动后将试液倒入小烧杯中,在不断搅拌下喷入火焰。

2.3 干扰考查

使用氘灯进行背景扣除时测定悬浮液的吸光度值与不使用氘灯时相同,表明藕粉基体对钙,铁的测定无背景吸收干扰。有文献^[3,4]介绍试液中加入La³⁺或Sr²⁺可以消除磷、铝、硅等元素的化学干扰。本文则在试液中加入La³⁺来考查藕粉中共存元素是否产生化学干扰,实验结果表明加入La³⁺ 50mg以上,吸光度值达最大且很稳定,认为已消除了化学干扰与文献^[1]相一致。本文选择加La³⁺ 50mg。

2.4 分析方法的选择

分析采用标准曲线法及标准加入法测定。结果标准曲线法的测定结果显著偏低。这是由于与标准曲线的标准溶液相比试液因有藕粉样品的存在使其粉度增大,从而影响了吸入样品的速率以及降低了雾化效率所致,故本文选择标准加入法。

2.5 检测限

按1.3和1.4项配20份空白溶液,分别在钙和铁的测定条件下,以去离子水为参比,喷入火焰,按自动调零键,记录积分5s的吸光度值,求出其标准偏差,再根据标准加入法工作曲线的斜率s,由3/s,计算求出检测限为:钙0.14mg/L;铁0.128mg/L。

2.6 回收率试验

为了考查悬浮液进样测定结果的准确性,按1.3项下制备悬浮液分别加入一定量的标准溶液,以同样方法测定计算回收率如表1,可见悬浮液进样方法钙、铁的加入回收率分别为97%~106%、92%~101%之间,RSD 3.4%。

表1 加入回收率试验结果(μg/g)
Table 1 Experimental results of recovery(μg/g)

元素	本底值	加入量	测得量	回收率(%)	RSD(%)
Ca	214.6	100.0	333.5	106.0	3.4
	212.0	150.0	358.4	99.01	
	209.9	200.0	397.6	97.00	
Fe	35.5	10.0	46.0	101.1	3.2
	34.5	25.0	55.3	92.31	
	36.2	50.0	79.6	92.1	

2.7 样品分析

按实验方法进行样品分析,其测定结果见表2。

表2 样品分析结果(n=3, μg/g)
Table 2 Results of the analytical sample (n=3, μg/g)

元素	Ca	Fe
含量	212.2	35.40

3 结论

本文采用悬浮液进样—火焰原子吸收光谱法使样品不经消化直接进样,避免了处理样品时的繁琐和污染,省时省力,并有较好的准确度与精密度。实验结果与文献值^[5]基本上成比例,说明藕粉与纯莲藕对比钙和铁成分较低是由于其加工过程中添加了其它粉类食品所致。

参考文献:

- [1] 刘立行, 栾树斌, 张启凯. 悬浮液进样—火焰原子吸收光谱法测定玉米中的锌和铁[J]. 光谱学与光谱分析, 1999, 19(3): 419-420.
- [2] 刘立行, 李萍, 李江. 悬浮液进样—火焰原子吸收光谱法直接测定大豆粉中的锌和铁[J]. 食品科学, 1998, 19(2): 43-44.
- [3] 冶金部原子吸收光谱翻译组. 原子吸收分光光度法[M]. 北京: 科学出版社, 1972. 95.
- [4] 原子吸收光谱分析编写组. 原子吸收光谱分析[M]. 北京: 地质出版社, 1979. 206.
- [5] 迟锡增. 微量元素与人体健康(第一版)[M]. 化学工业出版社, 1997. 246.