

# 离子色谱法测定水果中阳离子 $\text{Na}^+$ 、 $\text{NH}_4^+$ 、 $\text{K}^+$ 、 $\text{Mg}^{2+}$ 、 $\text{Ca}^{2+}$ 的含量

刘玉芬<sup>1</sup>, 夏海涛<sup>1</sup>, 连桂香<sup>2</sup>

(1. 淮海工学院化学工程系, 江苏 连云港 222005

2. 齐齐哈尔大学生命科学学院, 黑龙江 齐齐哈尔 161006)

**摘 要:** 利用离子色谱法测定了五种水果(苹果、梨、橙子、菠萝、草莓)中的阳离子  $\text{Na}^+$ 、 $\text{NH}_4^+$ 、 $\text{K}^+$ 、 $\text{Mg}^{2+}$ 、 $\text{Ca}^{2+}$ , 色谱柱为 IonPAC CS12A 阳离子交换柱, 淋洗液为硫酸, ECD-40 电导检测器检测, 外标法定量。分析结果表明, 五种常见阳离子的线性关系良好, 它们的检出限为 0.01~0.1mg/L, 回收率为 93.2%~102.7%, 相对标准偏差在 0.72%~3.92% 之间。该方法具有简单、快速、准确等优点, 为检测其它食品中  $\text{Na}^+$ 、 $\text{NH}_4^+$ 、 $\text{K}^+$ 、 $\text{Mg}^{2+}$ 、 $\text{Ca}^{2+}$  的含量提供了一种有效的方法。

**关键词:** 水果; 阳离子; 离子色谱法

## Cations Determination of $\text{Na}^+$ , $\text{NH}_4^+$ , $\text{K}^+$ , $\text{Mg}^{2+}$ , $\text{Ca}^{2+}$ in Fruits by Ion Chromatography

LIU Yu-fen<sup>1</sup>, XIA Hai-tao<sup>1</sup>, LIAN Gui-xiang<sup>2</sup>

(1. Department of Chemical Engineering, Huaihai Institute of Technology, Lianyungang 222005, China

2. Institute of Life Sciences, Qiqihaer University, Qiqihaer 161006, China)

**Abstract:** The amount of  $\text{Na}^+$ ,  $\text{NH}_4^+$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Ca}^{2+}$  in five kinds of fruit (apple, pear, orange, pineapple, strawberry) were respectively separated and detected by ion chromatography. The chromatographic column is an cation-exchange column (IonPac CS12A 4250mm i.d). Sulfuric acid is used as eluent and detector is ECD-40 electrical conductivity detector. The external standard method is used for quantification analysis. The analysis results indicated that the five kinds of common cations linear relationship was good, with detection limits 0.01~0.1mg/L. The recovery rates were between 93.2% and 102.7%. The relative standard deviations were among 0.72% and 3.92%. This method was of advantages of being simple, fast, accurate and effective to determine the contents of  $\text{Na}^+$ ,  $\text{NH}_4^+$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Ca}^{2+}$  in other foods.

**Key words:** fruits; cation; ion-chromatography

中图分类号: 0657

文献标识码: A

文章编号: 1002-6630(2005)12-0182-03

随着人们生活水平的提高, 水果成为人们一日三餐不可缺少的“宠儿”, 但是不同水果与人体健康有不同的利益关系, 而且水果中  $\text{Na}^+$ 、 $\text{NH}_4^+$ 、 $\text{K}^+$ 、 $\text{Mg}^{2+}$ 、 $\text{Ca}^{2+}$  含量的多少对水果的质量也有不同的影响。目前测定  $\text{Na}^+$ 、 $\text{NH}_4^+$ 、 $\text{K}^+$ 、 $\text{Mg}^{2+}$ 、 $\text{Ca}^{2+}$  离子的方法很多, 有原子吸收、原子荧光光谱法, 电位滴定法, 分光光度法, 离子色谱法等<sup>[1~5]</sup>。前述几种方法不能同时分析多种离子, 测定时间较长, 操作繁琐, 而离子色谱法则具有分析速度快、灵敏度高、能实现多离子同时分离定量等优点。但目前国内未见有关用离子色谱法测定水

果中  $\text{Na}^+$ 、 $\text{NH}_4^+$ 、 $\text{K}^+$ 、 $\text{Mg}^{2+}$ 、 $\text{Ca}^{2+}$  离子含量的报道。本文选用硫酸为淋洗液, 建立了离子色谱测定水果中  $\text{Na}^+$ 、 $\text{NH}_4^+$ 、 $\text{K}^+$ 、 $\text{Mg}^{2+}$ 、 $\text{Ca}^{2+}$  含量的方法, 操作简便, 分析速度快, 结果准确可靠, 具有实用价值。

### 1 材料与方法

#### 1.1 仪器和试剂

IC-25A 型离子色谱仪; IonPAC CG12A 保护柱; IonPAC CS12A(4 × 250mm i.d) 分离柱; CSRS-ULTRA 4-mm 自动再生抑制器; ECD-40 电导检测器; Peaknet 6.0 色

收稿日期: 2005-01-28

作者简介: 刘玉芬(1961-), 女, 副研究员, 主要从事分析化学的教学及科研工作。

谱工作站;以上均为美国Dionex公司生产。果鲜榨汁机 海城市天龙保健品公司;KQ5200B型超声波清洗器 昆山超声仪器有限公司;0.2  $\mu\text{m}$  针筒式过滤器。

所有阳离子试剂:氯化钠、氯化铵、氯化钾、镁条、氯化钙均为分析纯;硫酸为优级纯;水为重蒸去离子水;水果样品为市售新鲜水果。

## 1.2 色谱工作条件

淋洗液:11mmol/L的硫酸溶液;流速:1.0ml/min;自动再生抑制器的工作电流:100mA;进样量:25  $\mu\text{l}$ ;温度:室温。

## 1.3 实验方法

1.3.1 标准溶液的配制 准确称取一定量各阳离子试剂,分别配制成浓度为1g/L的标准储备液,用时稀释。

1.3.2 样品溶液的配制 依次准确称量苹果、橙子、菠萝、梨、草莓样品,用果鲜榨汁机榨成汁,连果肉一起超声震荡5min后分别定容至250ml。

1.3.3 回收率实验溶液的配制 称取一定量的各水果样品,加入各阳离子标准溶液,按样品处理方法进行处理。

## 2 结果与讨论

### 2.1 色谱条件的选择

以不同浓度的硫酸为淋洗液,在其它条件不变的情况下进样观察各离子的保留时间,结果表明,随着浓度的增加各离子保留时间减少,当淋洗液浓度达到13mmol/L时, $\text{Na}^+$ 和 $\text{NH}_4^+$ 离子峰开始出现重叠,当浓度为17.5mmol/L时, $\text{Na}^+$ 和 $\text{NH}_4^+$ 离子峰完全重合。淋洗液浓度低于10mmol/L时,虽然分离效果较好,但分析时间超过17min,本文选择淋洗液浓度为11mmol/L,既能满足分离要求,又可使分析在10min内完成,提高了分析速度。

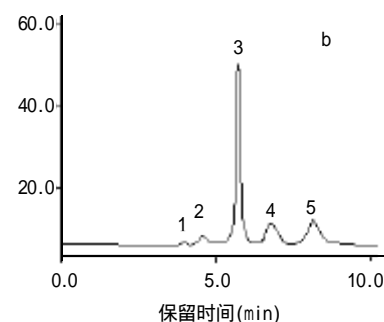
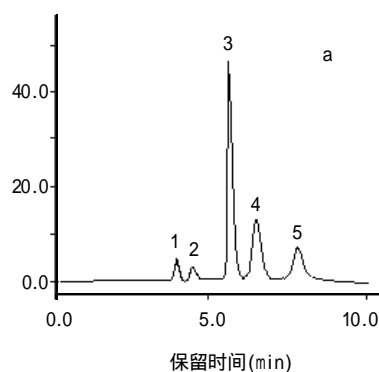
在淋洗液浓度为11mmol/L,其它条件不变的情况下改变流速,考察流速对分离的影响,结果显示,在流速为1.0ml/min时,峰形和峰的分离效果较好,以橙子为例的色谱图见图1。

### 2.2 样品的定性分析

图1为标准样品及橙子样品的阳离子色谱图(其它样品阳离子色谱图略)。从图中可见样品中含有五种阳离子,与标准溶液色谱图对照,根据保留时间进行定性,这5个峰分别为 $\text{Na}^+$ 、 $\text{NH}_4^+$ 、 $\text{K}^+$ 、 $\text{Mg}^{2+}$ 、 $\text{Ca}^{2+}$ 。

### 2.3 线性关系及定量参数

配制一系列不同浓度的混合标准溶液,在上述色谱条件下进样分析,得到的相对标准偏差、线性范围和检出限( $S/N=3$ )等定量参数见表1。检出限是将各阳离子标准溶液适当稀释后进样,根据噪声大小与峰高,取信噪比为3时计算得到。相对标准偏差为阳离子标准混



1— $\text{Na}^+$  (3.970min); 2— $\text{NH}_4^+$  (4.503min); 3— $\text{K}^+$  (5.593min); 4— $\text{Mg}^{2+}$  (6.877min); 5— $\text{Ca}^{2+}$  (8.213min)

图1 标准样品和橙子样品的色谱图

Fig.1 Chromatograms of standard sample (a) and orange sample (b)

合溶液连续进样5次测得。

表1 主要定量参数  
Table 1 The quantity parameters

离子	线性范围(mg/L)	相关系数	检出限(mg/L)	RSD(%)
$\text{Na}^+$	0~50	0.9995	0.021	3.92
$\text{NH}_4^+$	0~50	0.9969	0.032	3.49
$\text{K}^+$	0~1000	0.9997	0.020	0.72
$\text{Mg}^{2+}$	0~200	0.9961	0.010	1.74
$\text{Ca}^{2+}$	0~500	0.9991	0.100	2.76

### 2.4 样品分析

将配制的样品溶液用0.2  $\mu\text{m}$ 的针筒式过滤器过滤后在上述色谱条件下进样,根据样品溶液的测定值计算阳离子在水果中的含量,用标准加入法测定回收率,结果见表2。

表2 水果中阳离子的含量及样品的回收率结果(n=5)  
Table 2 The content of the cations and result of recovery rate of sample in five kinds of fruit (n=5)

阳离子	苹果 (mg/g)	橙子 (mg/g)	菠萝 (mg/g)	梨 (mg/g)	草莓 (mg/g)	样品值 (mg)	加入值 (mg)	测定值 (mg)	回收率 (%)
$\text{Na}^+$	0.021	0.013	0.012	0.015	0.011	0.193	7.741	7.601	95.7
$\text{NH}_4^+$	0.014	0.093	0.051	0.015	0.067	0.785	7.568	7.839	93.2
$\text{K}^+$	0.754	1.132	1.277	1.275	1.495	18.844	46.013	65.841	102.1
$\text{Mg}^{2+}$	0.051	0.267	0.341	0.181	0.259	5.301	22.579	28.095	101.0
$\text{Ca}^{2+}$	0.012	0.219	0.300	0.023	0.124	4.664	6.423	11.259	102.7

注:回收率为菠萝样品加标测定值。

# 两种海藻物提取物的制备及 脂肪酸 GC-MS 分析

梁 惠<sup>1</sup>, 冷凯良<sup>2</sup>, 贺 娟<sup>1</sup>, 董春景<sup>1</sup>, 史大永<sup>3</sup>

(1. 青岛大学医学院, 山东 青岛 266021; 2. 中国水产科学研究院黄海水产研究所, 山东 青岛 266071; 3. 中国科学院海洋研究所生物工程中心, 山东 青岛 266071)

**摘 要:** 制备三列凹顶藻和松节藻醇提取物, 采用气相色谱-质谱联用仪 (GC/MS) 对这两种海藻提取物脂肪酸进行了分析, 各分离出 17 个和 18 个峰, 鉴定了 12 种脂肪酸。用峰面积归一化法得出各类脂肪酸的相对百分含量。凹顶藻提取物中含饱和脂肪酸 4 种, 总体百分含量为 18.095%; 单不饱和脂肪酸 2 种, 总百分含量为 3.910%; 多不饱和脂肪酸种类较多, 共有 6 种, 总百分含量为 7.437%。松节藻醇提取物中 4 种饱和脂肪酸的含量为 51.842%, 2 种单不饱和脂肪酸含量为 13.124%, 6 种多不饱和脂肪酸含量为 27.375%。

**关键词:** 凹顶藻; 松节藻; 提取; 脂肪酸

## Preparation of Fatty Acids Extraction of Two Kinds of Seaweeds and Analysis on the Fatty Acids of Them by GC-MS

LIANG Hui<sup>1</sup>, LENG Kai-liang<sup>2</sup>, HE Juan<sup>1</sup>, DONG Chun-jing<sup>1</sup>, SHI Da-yong<sup>3</sup>

(1. Medical College, Qingdao University, Qingdao 266021, China

2. Yellow Sea Fishes Research Institute, Chinese Academy of Fishery Sciences, Qingdao 266071, China

3. Institute of Oceanology, Chinese Academy of Sciences, Qingdao 266071, China)

**Abstract:** To extract the fatty acids compounds from *Laurencia tristicha* and *Rhodomela confervoides*, the fatty acid contents of the two kinds of seaweeds were separated and identified by gas chromatography/mass spectrometry (GC/MS) method. 17 and 18 peaks were separated respectively and 12 kinds of fatty acids were identified. The contents of the fatty acids were determined by using the normalization method. *Laurencia* ethanolic extraction contained 4 kinds of saturated fatty acids, 2 kinds of monounsaturated fatty acids and 6 kinds of polyunsaturated fatty acids with the contents as 18.095%, 3.910% and 7.437%,

收稿日期: 2004-12-17

基金项目: 山东省卫生厅项目(2001CAICBA5); 青岛市科技局项目(04-2-HH-75)

作者简介: 梁惠(1964-), 女, 教授, 硕士生导师, 在读博士, 研究方向为营养与食品卫生。

从结果可以看出,  $\text{NH}_4^+$  的回收率偏低, 其原因有待进一步研究。几种水果中的阳离子含量各不相同, 其中  $\text{Na}^+$ 、 $\text{NH}_4^+$  的含量均较少, 而  $\text{K}^+$  的含量相对较高。

参考文献:

- [1] 高樱红. 离子色谱法同时测定降水中多种阳离子[J]. 安徽化工, 2002, (4): 45.
- [2] 郭岩. 乌龙茶中浸出碱金属和碱土金属离子的离子色谱

分析[J]. 现代科学仪器, 2002, (6): 20-21.

- [3] 高建国, 高建民, 崔鹤, 等. 离子色谱法测定浴盐中的阴、阳离子[J]. 化学分析计量, 2003, 12(1): 36-38.
- [4] 戴纪翠, 滕祥国, 马培华. 离子色谱法测定高纯氯化锂中微量的钾、钙、钠、镁、铵离子[J]. 色谱, 2003, 21(6): 629.
- [5] 於岳峰. 离子色谱法测定降水中的阳离子[J]. 干旱环境监测, 2002, 16(4): 14-16.