

悬浮液进样-火焰原子吸收光谱法 直接测定高乐高中的钙和铁^①

张洪波 徐佳 陈庆阳 辛士刚 徐强^②

(沈阳师范大学化学与生命科学学院 沈阳市黄河北大街 253 号 110034)

摘要 将悬浮液进样技术应用于火焰原子吸收光谱法,样品不经消解直接测定了高乐高中的钙和铁含量。将高乐高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,平均加标回收率钙为 96.3%,相对标准偏差(RSD)≤3.4%;铁为 95.2%,RSD≤6.3%,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;高乐高;钙;铁

中图分类号: O657.31

文献标识码: A

文章编号: 1004-8138(2011)05-2684-03

1 引言

钙、铁是生命必需的元素之一,由于人们日常膳食结构不同,易造成钙、铁的缺乏,而需要辅助一些功能食品,因此功能食品中的元素含量测定受到了人们的普遍关注^[1,2]。例如高乐高中含有丰富的钙、铁元素,因而快速而准确地测定高乐高中微量元素的含量,对人们合理补充钙、铁具有理论意义和实用价值。本文应用悬浮液进样-火焰原子吸收光谱法^[3-5]对市售高乐高中的钙、铁含量进行了测定。

2 实验部分

2.1 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 $\mu\text{g}/\text{mL}$,国家钢铁材料测试中心钢铁研究院);铁标准溶液(1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$,国家钢铁材料测试中心钢铁研究院);镧标准溶液(50 g/L),由 La_2O_3 (分析纯)配制;琼脂溶液(不同浓度),由琼脂(生化试剂)配制;高乐高(天津高乐高食品有限公司,批号 1999-11-29),购自超市。实验用水为二次蒸馏水。

2.2 仪器工作条件

分析线 Ca 422.7nm, Fe 248.3nm,灯电流 Ca 3.0mA、Fe 4.0mA,单色器通带 0.2nm,燃烧器高度 Ca 6mm, Fe 8mm,燃烧器位置 5.0mm,乙炔流量 1700 mL/min 。

2.3 悬浮液制备

取足够量高乐高过 150 目筛,粉碎,直至全部过筛,准确称取 1g 过筛样品于 25mL 比色管中,

① 国家自然科学基金项目(30570445)

② 联系人,手机:(0)13840012938; E-mail: xuqiangsy@163.com

作者简介:张洪波(1963—),男,济南市人,实验师,主要从事分析化学教学工作。

徐强(1956—),男,辽宁省开原市人,副教授,硕士,主要从事仪器分析工作。

收稿日期:2010-11-18;接受日期:2010-12-17

加入少量 0.1% 琼脂溶液, 将样品摇起, 用 0.1% 琼脂溶液定容; 在超声波发生器上使样品完全混合均匀。同时, 配制一个试剂空白溶液。

2.4 实验方法

在振动条件下, 吸取 6 份悬浮液 5 mL 置于 25 mL 比色管中, 各加入 0.1% 琼脂溶液 10 mL、 La^{3+} 溶液 1 mL, 再依次加入 Ca^{2+} 0—12.4 $\mu\text{g/mL}$ 或 Fe^{3+} 0—6.4 $\mu\text{g/mL}$, 用 0.1% 琼脂定容, 振动 3 min, 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 100 mL 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 5 s 的吸光度值, 绘制标准加入法的曲线, 计算钙、铁含量。

3 结果与讨论

3.1 悬浮液稳定性考查

称取样品 3 份 1.0 g 于 25 mL 比色管中, 分别以 0.05%、0.10% 和 0.15% 琼脂溶液定容, 振动 5 min, 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、43 min 可见, 取样品 1.0 g, 以 0.1% 琼脂定容其悬浮液可稳定 30 min 以上, 而琼脂浓度加大则稳定时间更长, 故本实验选用浓度为 0.1% 琼脂溶液制备悬浮液。

3.2 试液稳定性考查

吸取 4 份悬浮液 5.0 mL 于 25 mL 比色管中, 分别加入 0.1% 琼脂溶液 5、10、15、20 mL, 以水定容, 振动 5 min, 测得其稳定时间依次为 5、10、25、43 min。考虑到试液的粘度应适中, 选用 0.1% 琼脂 20 mL。为使实验者方便地完成操作测定, 本实验采用振动后将试液倒入小烧杯中, 在不断搅拌下喷入火焰的方法。

3.3 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, 表明高乐高基体对钙、铁的测定无背景吸收干扰。有文献^[3,4]介绍试液中加入 La^{3+} 或 Sr^{2+} 可以消除磷、铝、硅等元素的化学干扰。本文则在试液中加入 La^{3+} 来考查高乐高中共存元素是否产生化学干扰, 实验结果表明, 加入 La^{3+} 50 mg 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]的结论相一致。本文选择加 La^{3+} 50 mg。

3.4 分析方法的选择

分析采用校准曲线法及标准加入法测定。校准曲线法的测定结果显著偏低, 这是由于高乐高粉中铁含量较小, 加之原子吸收测定的灵敏度低, 为获得测定准确度要求的足够吸光度(通常应大于 0.1), 就必须使用大浓度的悬浮液作试液, 由于试液的黏度大, 致使吸样速率低, 雾化效率及吸光度明显下降, 故本文选择标准加入法。其校准曲线方程和相关系数分别为: 钙 $[C] = 227.74[A] - 19.17, r = 0.9998$; 铁 $[C] = 74.06[A] - 0.24, r = 0.9976$ 。

3.5 检出限

按 2.3 和 2.4 项下取配 20 个空白溶液, 分别在钙、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 5 s 的吸光度值, 求出其标准偏差 σ , 再根据标准加入法计算校准曲线的斜率 s , 由 $3\sigma/s$, 计算求出检出限为: 钙 0.110 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$, 铁 0.140 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 。

3.6 回收率实验

为了考查悬浮液进样测定结果的准确性, 按 2.3 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 6 次测钙的平均加标回收率为 96.3%,
RSD≤3.4%;铁的平均加标回收率为 95.2%,RSD≤6.3%。

表 1 加标回收率实验结果 (n= 6, μg/g)

元素	本底值	加标值	加标测定值	平均加标回收率(%)	RSD(%)
Ca	0.770	2.00	2.696	96.3	3.4
Fe	0.365	0.500	0.841	95.2	6.3

3.7 样品分析

按 2.4 项下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= 6, μg/g)

元素	Ca	Fe
含量	256.00	19.04

4 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解直接进样,避免了处理样品时的繁
琐和污染,省时省力,操作过程简便并有较好的准确度与精密度。高乐高样品测定结果钙为
256.00μg/g;铁为 19.04μg/g。

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] 徐强, 谢妮, 陈庆阳等. 悬浮液进样原子吸收光谱法测定核桃粉中钙和镁[J]. 理化检验(化学分册), 2008, 44(1): 43—44.
[3] 徐强等. 悬浮液进样-火焰原子吸收光谱法测定藕粉中的钙和铁[J]. 食品科学, 2006, 27(6): 190—192.
[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[M]. 北京: 化学工业出版社, 1997. 246.

Determination of Calcium and Iron in Cola Cao
by Flame Atomic Absorption Spectrometry with Suspension Sampling

ZHANG Hong-Bo XU Jia CHEN Qing-Yang XIN Shi-Gang XU Qiang
(Chemistry and Life Science College, Shenyang Normal University, Shenyang 110034, P. R. China)

Abstract The suspension sampling technique was applied to flame atomic absorption spectrometry, and that was successfully used to directly determine calcium and iron in cola cao without digestion. The cola cao was made to suspension solution with suspension in agar jelly, and the test solution was injected into air-acetylene flame to determine calcium and iron by standard addition method. The average additional recoveries of calcium and iron were 96.3% and 95.2%, and RSD of calcium was less than 3.4%, that of iron was less than 6.3%, respectively. This method is convenient, rapid and accurate.

Key words Suspension Sampling; Flame Atomic Absorption Spectrometry; Cola Cao; Calcium; Iron