

负吸光度法测定牛奶中的钙

黄美珍^① 潘燕琼 洪茵

(佛山科学技术学院化学与化工系 广东省佛山市江湾一路 18 号 528000)

摘要 研究了钙离子与酸性铬蓝 K 的反应条件, 建立了一种负吸光度法测定钙离子的新方法, 钙量在 0.0—2.4 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 范围内与负吸光度呈线性关系, 检出限为 $2.3 \times 10^{-5} \text{g}/\text{L}$, 方法应用于牛奶中钙离子的测定, 结果满意。

关键词 负吸光度法; 钙; 牛奶

中图分类号: O657.32

文献标识码: A

文章编号: 1004-8138(2011)03-1179-03

1 引言

钙是人体内最丰富、最必需的元素之一, 是构成骨骼、牙齿的重要成分。如果人们饮食长期缺钙, 就会引发体内钙的异常循环, 造成“钙搬家”, 从而导致佝偻病(儿童)与软骨病(成人)^[1]。牛奶中含丰富的活性钙, 是人类最好的钙源之一。目前市场上有各种品牌的牛奶, 且各种各样的功能牛奶也不断涌现, 准确、快速测定牛奶中的钙具有十分重要的意义。目前测定奶品中钙常用配位滴定法或氧化还原滴定法^[2], 分光光度法^[3]较少报道。本文在 pH 11.0 的 $\text{NH}_3\text{-NH}_4\text{Cl}$ 缓冲溶液中, 利用钙离子与酸性铬蓝 K 显色, 于 600nm 处以试剂空白作参比, 建立了一种负吸光度法测定牛奶中钙的新方法。

2 实验部分

2.1 仪器与试剂

WFZ UV-2100 型分光光度计(上海尤尼柯仪器有限公司); pH S-3C 精密 pH 计(上海日岛科学仪器有限公司)。

Ca²⁺ 标准溶液: 称取经 2h 在 120°C 烘干的 CaCO_3 0.2497g 于小烧杯中, 加少量水润湿, 缓慢加入 3mol/L 盐酸使之完全溶解, 煮沸除去 CO_2 , 冷却后转入 1000mL 的容量瓶中, 用水定容, 配成 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 储备液, 使用时稀释成 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 工作液。

$5.2 \times 10^{-3} \text{mol}/\text{L}$ 酸性铬蓝 K 溶液; 2.5% (质量分数) 8-羟基喹啉乙醇溶液; pH 11.0 $\text{NH}_3\text{-NH}_4\text{Cl}$ 缓冲溶液。所用试剂均为分析纯。实验用水为蒸馏水。

2.2 实验方法

在 25mL 比色管中, 依次加入 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0, 6.0mL 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ Ca^{2+} 标准溶液、2.5mL

^① 联系人, 电话: (0757) 85505166; E-mail: hmzhen@126.com

作者简介: 黄美珍(1965—), 女, 广东省遂溪县人, 讲师, 硕士, 主要从事分析化学教学和研究工作。

收稿日期: 2010-09-08; 接受日期: 2010-10-12

$\text{NH}_3\text{-NH}_4\text{Cl}$ 缓冲溶液、0.8mL 酸性铬蓝 K 溶液, 用水稀释至刻度, 摇匀, 静置 10min。用 1cm 比色皿, 于 600nm 处, 以试剂空白溶液作参比, 测定显色液的负吸光度。

3 结果与讨论

3.1 吸收光谱

取 3.0mL $10\mu\text{g}/\text{mL}$ Ca^{2+} 标准溶液按实验方法绘制钙有色配合物的吸收光谱曲线, 如图 1 所示, 有色配合物在 498nm 处有一最大吸收峰, 而在 600nm 处有一负值吸收峰, 且吸光度绝对值比 498nm 处的吸光度值大 0.2 左右, 为提高测定的灵敏度, 降低检出限, 本实验选择测定波长为 600nm。

3.2 反应介质的确定

试验了硼砂- NaOH 、柠檬酸- Na_2HPO_4 、 $\text{NH}_3\text{-NH}_4\text{Cl}$ 等介质, 结果表明, 在 $\text{NH}_3\text{-NH}_4\text{Cl}$ 介质中, 负吸光度最大且稳定, 本实验选用 pH 11.0 的 $\text{NH}_3\text{-NH}_4\text{Cl}$ 缓冲溶液, 其用量范围为 2.0—5.0mL, 实验中选择 pH 11.0 $\text{NH}_3\text{-NH}_4\text{Cl}$ 缓冲溶液 2.5mL。

3.3 显色剂的用量

按实验方法, 改变显色剂的用量测定吸光度, 当显色剂加入量为 0.6—1.0mL 时吸光度基本保持不变。实验选择显色剂的用量为 0.8mL。

3.4 显色时间及稳定性

在室温下显色体系很快显色, 在 10min 以后吸光度达到稳定, 体系在室温下可稳定 2h, 实验选择显色时间为 10min。

3.5 校准曲线和方法检出限

按实验方法改变钙加入量测定负吸光度, 绘制校准曲线, 钙量在 0.0— $2.4\mu\text{g}/\text{mL}$ 的范围内与负吸光度 ($-A$) 呈线性关系, 其回归方程为: $-A = 0.0631 + 0.36775C_{\text{Ca}^{2+}}$ ($\mu\text{g}/\text{mL}$), 相关系数 $r = 0.9993$ 。对 $0.8\mu\text{g}/\text{mL}$ 钙标准溶液进行 12 次平行测定, 以 3 倍的标准偏差求得本方法的检出限为 $2.3 \times 10^{-5} \text{g}/\text{L}$ 。

3.6 共存离子的影响

在选定的实验条件下, 考察了常见共存离子对 $20.0\mu\text{g}/25\text{mL}$ Ca^{2+} 测定的影响, 当允许相对误差 $\leq \pm 5\%$ 时, 下列共存离子 (倍量) 不干扰测定: Na^+ 、 K^+ (500); Cr^{3+} (60); Pb^{2+} 、 Ba^{2+} (50); Si^{2+} (40); Co^{2+} (10); Al^{3+} (3); Ni^{2+} (2.5); Fe^{3+} 、 Cu^{2+} (2.0); Zn^{2+} (0.6); Mn^{2+} (0.5); Mg^{2+} 对测定有干扰, 可加入 8-羟基喹啉消除干扰^[4]。

3.7 样品测定

吸取牛奶样品 2mL 于锥形瓶中, 加入 15mL $\text{HNO}_3\text{-HClO}_4$ (5:1) 混合酸, 浸泡过夜后, 于电炉上缓慢加热至溶液澄清透明, 再继续加热至瓶底虽有白色结晶析出, 但周围仍呈湿润为度^[5]。取下冷却至室温, 用少量 1% HCl 溶解, 以水定容至 100mL。移取一定量样品溶液, 加 8-羟基喹啉溶液 1.0mL, 按实验方法测定。同时与 EDTA 滴定法进行比较, 结果见表 1。

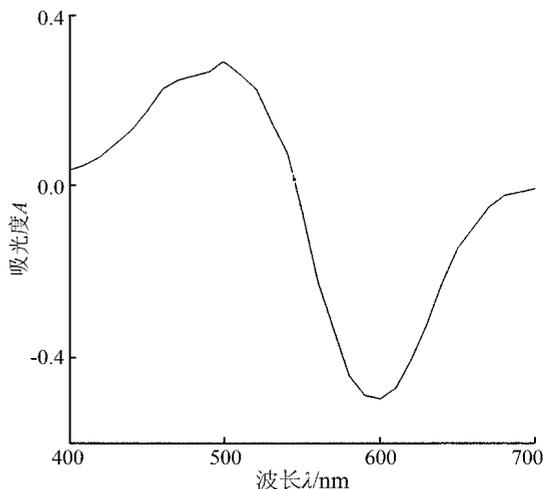


图 1 吸收光谱

表 1 牛奶中钙含量的测定结果

样品	测定值			平均值 (mg · mL ⁻¹)	RSD (%)	加入量 (mg · mL ⁻¹)	加标后测得量 (mg · mL ⁻¹)	回收率 (%)	EDTA 法 (mg · mL ⁻¹)
	(mg · mL ⁻¹)	(mg · mL ⁻¹)	(mg · mL ⁻¹)						
纯牛奶 1	1.050	1.011	1.043	1.041	1.7	1.0	2.036	99.5	1.028
	1.035	1.062	1.045						
纯牛奶 2	1.110	1.134	1.171	1.142	2.1	1.0	2.147	100.5	1.134
	1.164	1.123	1.151						

4 结论

本文利用钙离子与酸性铬蓝 K 的显色反应, 采用负吸光度测定牛奶中的钙含量, 提高了测定的灵敏度, 降低了检出限, 为牛奶中钙含量的测定提供了一种灵敏度高、结果准确的简便方法。

参考文献

- [1] 李世华主编. 饮食补钙: 人体补钙的最佳选择[M]. 北京: 金盾出版社, 2002. 32.
- [2] 张宗城主编. 乳品检验员[M]. 北京: 中国农业出版社, 2004. 304—305.
- [3] 张平安, 宋连军, 高向阳等. 分光光度法快速测定酸奶中的钙[J]. 安徽农业科学, 2008, 36(22): 9352—9353.
- [4] 周正义, 印天寿. 二甲酚橙光度法快速测定植株钙、镁[J]. 安徽农业技术师范学院学报, 1994, 8(3): 44—52.
- [5] 王学生, 张文才. 不同消化方法及条件对牛奶中钙锌含量测定的影响分析[J]. 微量元素与健康研究, 2003, 20(6): 48—51.

Determination of Calcium in the Milk by Negative Absorption Spectrophotometry

HUANG Mei-Zhen PAN Yan-Qiong HONG Yin

(Department of Chemistry and Chemical Engineering, Foshan University, Foshan, Guangdong 528000, P. R. China)

Abstract The reaction conditions of calcium with acid chrome blue K (ACBK) were studied. A new method for determination of calcium was established by negative absorption spectrophotometry. There was a linear relationship between the content of calcium and negative absorbance in the range of 0—2.4 μg/mL and the detection limit was 2.3×10^{-5} g/L. This method is applied to determine calcium in the milk with satisfactory results.

Key words Negative Absorption Spectrophotometry; Calcium; Milk

关于赠送作者样刊、发放稿酬和购买书刊的通知

各有关作者:

本刊赠送作者发表自己论文的当期刊物(样刊), 均按篇赠送 2 本, 用挂号印刷品邮件, 按稿件中标明的作者联系人姓名和地址邮出。样刊是赠品, 一次性的, 遗失不再补赠。若遗失或作者还有需要, 请在出版之日起 2 个月之内汇款购买(2011 年, 60 元/本, 免收邮寄费), 逾期不再办理。欲购买者, 请通过电子邮件(发到 gpsys@periodicals.net.cn)与本编辑部联系。

由于普通印刷品邮寄的送达时间不稳定, 若作者急需, 最迟请在接到《发表通知》的电子邮件后, 3 日内预交特快专递费(30 元/件), 过时不候。

给作者发放的稿酬均邮寄给联系人, 在发表之日后约 20 日左右汇出。请各位联系人接到邮局通知后, 务必及时到邮局领取。若 2 个月未领[或作者联系人地址不确(如挂名的、摆设的)、姓名有误], 被邮局退回, 本刊不再补发。

由于联系人是作者签署的《论文著作权转让书》确认的, 因而变更联系人必须另签“变更《论文著作权转让书》的承诺书”。

光谱实验室编辑部