

原子吸收法测定牦牛奶粉中的营养元素

石燕¹, 郑为完¹, 肖薇薇², 宋建军¹, 李小丹¹

1. 南昌大学食品科学教育部重点实验室, 江西 南昌 330047
2. 江西省化学工业研究所, 江西 南昌 330029

摘 要 通过改变灰化温度、灰化时间及盐酸浓度三因素设计正交试验, 对样品牦牛奶粉及市售奶粉进行干法消化。用火焰原子吸收光谱法对样品中的 Ca, Mg, Fe, Cu, Zn, Mn, K 和 Na 等八种元素进行测定。实验表明, 最佳消化条件为: 灰化温度 510 ℃, 灰化时间 4 h, 盐酸体积比为 1: 5。在最佳实验条件下, 对牦牛奶粉各元素的含量做了回收实验, 回收率范围在 95.2% ~ 107.3%, 相对标准偏差 0.38% ~ 3.86% (n= 6)。实验结果表明: 牦牛奶粉营养元素含量丰富, 是营养价值极高的食品。

关键词 正交试验; 原子吸收光谱法; 牦牛奶粉; 营养元素; 测定
中图分类号: O562.3 文献标识码: A 文章编号: 1000-0593(2007)12-2588-03

引 言

牦牛是我国青藏高原及毗邻地区特有的畜种资源, 牦牛乳是西藏人民的重要食品, 具有极高的营养价值, 它的特点是干物质和脂肪的含量高, 风味独特, 品质优良。牦牛乳主要营养成分已有报道^[1], 但对牦牛奶粉中微量元素含量的测定还很少见报道。目前, 食品^[2-4]中微量元素已成为人们研究的热点。钙、镁、铜、铁、钾、钠、锌和锰是人体必需的微量元素, 具有重要的生理生化功能^[5-8], 因此研究测定牦牛奶粉中微量元素的含量具有十分重要的意义。

Table 1 The operating parameters of instrument

元素	波长 /nm	灯电流 /mA	狭缝 /nm	乙炔流量 /(L·min ⁻¹)	空气流量 /(L·min ⁻¹)
Ca	422.7	6	0.5	1.1	2.4
Mg	285.2	4	0.5	1.1	2.4
K	766.4	10	0.5	1.1	2.4
Na	589.0	10	0.5	1.1	2.4
Cu	324.8	3	0.5	1.1	2.4
Zn	213.9	7	0.5	1.1	2.4
Fe	248.3	8	0.5	1.1	2.4
Mn	279.5	10	0.5	1.1	2.4

1 实验部分

1.1 仪器及工作条件

日本岛津 AA-670 型原子吸收光谱仪; 6AF-41 电热干燥箱(东岳电器厂); SX-4 箱式电阻炉(沈阳市电炉厂); FA1604 电子天平(上海天平仪器厂); 仪器工作参数见表 1。

1.2 试剂

Ca, Mg, K, Na, Cu, Zn, Fe 和 Mn 的标准溶液储备液(1 mg·mL⁻¹)由江西省化学工业研究所提供; 标准工作液用 2% 的盐酸逐渐稀释成所需要的浓度, 混合标准溶液各元素的浓度见表 2; 体积比分别为 1: 3, 1: 4, 1: 5 的盐酸(分析纯); 硝酸(优级纯); 镧溶液(60 g·L⁻¹); 试验用水为二次蒸馏水。

Table 2 Elements concentration of mixing standard solution(μg·mL⁻¹)

序号	Ca	Mg	K	Na	Cu	Zn	Fe	Mn
1	1.0	0.1	0.2	0.2	1.0	0.2	2.0	1.0
2	2.0	0.2	0.4	0.4	2.0	0.4	4.0	2.0
3	3.0	0.3	0.6	0.6	3.0	0.6	6.0	3.0
4	4.0	0.4	0.8	0.8	4.0	0.8	8.0	4.0
5	5.0	0.5	1.0	1.0	5.0	1.0	10.0	5.0

1.3 样品

牦牛奶粉由西藏宝信食品有限公司提供; 奶粉购于天虹商场。

1.4 样品处理

准确称取 5 000 0 g 左右奶粉于瓷坩埚中，在电炉上加热炭化至不冒烟，再放进马福炉内灰化，待灰分与坩埚脱离并为白色取出冷却，如果有黑色炭粒，冷却后加少许 1：5 的硝酸湿润，在电炉上小火蒸干后再移入马福炉内灰化成白色灰烬，取出，冷却至室温。加 HCl 5 mL，在电炉上加热充分溶解，冷却到室温后移入 50 mL 容量瓶中用二次蒸馏水定容、待测。测定钾、钠、钙和镁时，加入一定体积的镧溶液。

2 结果与讨论

2.1 标准工作曲线的绘制

按表 2 配制混酸标准溶液，按表 1 仪器工作条件进行测定 Ca, Mg, K, Na, Cu, Zn, Fe 和 Mn 八种元素的标准工作曲线(见表 3)。

2.2 最佳消化条件的选择

对牦牛奶粉采用正交试验法 $L_9(3^4)$ 三因素三水平安排实验(见表 4)从而选取最佳的消化条件实验，结果见表 5 和表 6。

Table 3 Regression equation of elements

元素	回归方程	相关系数(r)
Ca	$A = 0.0451c + 0.0286$	0.9933
K	$A = 0.0216c + 0.0047$	0.9988
Na	$A = 0.3445c + 0.0265$	0.9983
Mg	$A = 0.0708c + 0.0198$	0.9992
Fe	$A = 0.0278c + 0.0182$	0.9989
Cu	$A = 0.0852c + 0.0134$	0.9923
Zn	$A = 0.212c + 0.003$	0.9970
Mn	$A = 0.0865c + 0.0178$	0.9985

Table 4 Orthogonal layout design

影响因素	水平		
	1	2	3
消化温度/(℃) A	470	490	510
消化时间/(h) B	3	4	5
浸取液盐酸体积比 C	1:5	1:4	1:3

Table 5 Experimental program and results of Yak milk power($\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$)

实验号	影响因素										
	A	B	C	Ca	Mg	K	Na	Cu	Zn	Fe	Mn
1	1	1	1	12 896	1 239	8 039 6	5 894	0 58	28 64	12 8	2 48
2	1	2	2	10 446	1 056	8 473	3 917	0 73	31. 21	15 0	2 14
3	1	3	3	10 457	1 055	8 049	2 600	0 41	32 62	11. 9	2 17
4	2	1	2	11 288	1 058	8 682	3 958	0 62	34 5	13 1	2 35
5	2	2	3	10 379	1 080	8 820	2 964	0 51	32 73	12 6	2 15
6	2	3	1	10 616	1 062	8 454	3 843	1 10	37. 37	15 2	2 10
7	3	1	3	10 379	1 033	8 153	3 806	0 92	36 23	16 5	1 95
8	3	2	1	13 960	1 333	9 283	5 331	1 44	34 55	17 8	2 28
9	3	3	2	13 100	1 144	10 062	4 717	0 46	34 58	13 50	1 94
K_1	3 350	3 330	3 634								
K_2	3 200	3 469	3 258								
K_3	3 510	3 261	3 168								
R	310	208	466								

注：极差分析以 Mg 为例

Table 6 Experimental results($\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$)

	Ca	Mg	K	Na	Cu	Zn	Fe	Mn
牦牛奶粉	13.960	1.333	9.283	5.331	1.44	34.55	17.8	2.28
市售奶粉	7.080	822.6	11.190	3.034	1.31	20.9	19.72	1.55
全国代表值	6.760	790	4.490	260.1	0.9	31.4	12.0	0.9

根据表 5 的极差 R 值可知，浸取液盐酸体积比 C 的极差 R 最大，我们选择 C_1 ，其次为硝化温度，选择 A_3 ，硝化时间极差值最小选择 B_2 。因此选择的最佳的消化条件为 $A_3B_2C_1$ ，即消化温度为 510℃，消化时间为 4 h，盐酸体积比为 1：5。在最佳消化条件下，对牦牛奶粉及市售奶粉进行测定，并与全国代表值^[9]比较(见表 6)。牦牛奶粉中的八种营养元素含量均高于全国代表值，其中钙元素、镁元素、钾元素和锰元素含量高出一倍，钠元素含量高二十多倍，与市售奶粉比较，除了钾元素和铁元素含量低于市售奶粉外，其他六种

元素的含量均高于市售奶粉。

2.3 方法的回收率

采用最佳实验条件，对牦牛奶粉样品做了加标回收率试验，结果列于表 7。

Table 7 Recovery experiments($n=6$)

元素	试样测定值 $/(\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1})$	加入标准量 $/(\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1})$	测得总量 $/(\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1})$	回收率 /%	RSD /%
Cu	0.06	3.00	3.16	103.3	0.38
Mn	0.22	3.00	3.12	96.9	0.86
Zn	0.32	0.40	0.70	97.2	3.70
Fe	1.36	4.00	5.42	101.1	0.50
Ca	2.07	2.00	4.00	98.3	0.80
K	0.32	0.30	0.59	95.2	2.54
Na	0.16	0.40	0.54	96.4	2.78
Mg	0.21	0.20	0.44	107.3	3.86

3 结 论

通过采用正交试验法对样品处理条件的优化,为食品中的微量元素的测定提供了一种准确、灵敏、快速的方法。测定结果表明,对人体有益的Ca、Mg、Fe、Cu、Zn、Mn、K和Na等八种营养元素较为丰富。特别是Ca、Mg、K和Mn的

含量较全国代表值高出近一倍,钠元素含量高出20多倍。与市售奶粉比较,除了钾元素、铁元素含量低于市售奶粉外,其他六种元素的含量均高于市售奶粉。表明牦牛奶粉具有极高的营养价值。同时,采用正交试验设计方案,可以以极少的实验次数获得更多的信息,这对提高实验结果的准确性和提高分析速度是非常有利的。

参 考 文 献

- [1] JI Qiu-mei, PU Qiong, DA Wa-yanla(姬秋梅,普 穷,达娃央拉). Journal of Gansu Agricultural University(甘肃农业大学学报), 2000, 35(3): 269.
- [2] GAN Zh-yong, PENG Jing-ru(甘志勇,彭靖茹). Studies of Trace Elements and Health(微量元素与健康研究), 2007, 24(1): 46.
- [3] HUO Jian-zhong, CHEN Hong, WANG Zhen-ying(霍建中,陈 宏,王振英). Food and Fermentation Industries(食品与发酵工业), 2004, 30(2): 126.
- [4] LIU Jiang-hui, ZHOU Hua(刘江晖,周 华). Food Science(食品科学), 2003, 24(11): 113.
- [5] ZHANG Sheng-bang, ZHANG Xue-jun, GUO Yu-sheng(张胜帮,张学俊,郭玉生). Spectroscopy and Spectral Analysis(光谱学与光谱分析), 2004, 24(10): 1260.
- [6] WANG Xi-min, CHEN Yan-chang, XIE Ling-qin, et al(王秀敏,陈彦昌,谢令琴,等). Spectroscopy and Spectral Analysis(光谱学与光谱分析), 2004, 24(11): 1467.
- [7] CHI Xi-zeng(迟锡增). Trace Element and Health of Human Body(微量元素与人体健康). Beijing: Chemical Industry Press(北京:化学工业出版社), 1997.
- [8] WANG Ying, XIN Shi-gang(王 莹,辛士刚). Spectroscopy and Spectral Analysis(光谱学与光谱分析), 2004, 24(11): 1253.
- [9] China Prophylaxis Academy, Nutrition and Food Hygiene Institution(中国预防医学科学院,营养与食品卫生研究所编). Food Ingredients Table(食物成分表). Beijing: People's Medical Publishing House Health Press(北京:人民卫生出版社), 1991. 36.

Determination of Nutrition Elements in Yak Milk Powder by Atomic Absorption Spectrometry

SHI Yan¹, ZHENG Wei-wan¹, XIAO Wei-wei², SONG Jian-jun¹, LI Xiao-dan¹

1. Key Laboratory of Food Science of MOE, Nanchang 330047, China

2. Chemistry Industry Institute of Jiangxi, Nanchang 330029, China

Abstract In the present paper, orthogonal design test was planed by changing cinefaction temperature, cinefaction time, and the concentration of hydrochloric acid. Yak milk powder and milk powder were digested by dry method. The contents of elements Ca, Mg, Fe, Cu, Zn, Mn, K and Na were determined by flame atomic absorption spectrometry. The best conditions for the digestion were obtained as follows: the temperature was 510 °C, cinefaction time 4 hours, and hydrochloric acid concentration 1: 5. Meanwhile, under the best experimental conditions, the recovery ratio of the method in the range of 95.2%–107.3%, and the relative standard deviations were 0.38%–3.86% ($n=6$). The experimental results proved that Yak milk powder is valuable and nutritious food, and has rich nutrition elements.

Keywords Orthogonal test; Atomic absorption spectrometry; Yak milk powder; Nutrition elements; Determination

(Received May 10, 2006; accepted Aug. 20, 2006)