

石墨炉原子吸收法测定保健食品中钒

李 建

(苏州市疾病预防控制中心,江苏 苏州 215003)

摘 要:为改进食品中钒的测定方法,以干法和湿法相结合消解样品,石墨炉原子吸收测定保健食品中钒。钒浓度在 0~125 $\mu\text{g/L}$ 范围内符合比尔定律,相关系数 $r=0.9998$,特征浓度为 3.4 $\mu\text{g/L}$,方法的回收率为 93.2%~100.9%,相对标准偏差为 2.6%~3.9%。方法简便、重现性好。

关键词:钒;分光光度法,原子吸收;营养保健品

Determination of vanadium in health foods by GFAAS

Li Jian

(Suzhou Municipal Center for Disease Control and Prevention, Jiansu Suzhou 215003, China)

Abstract: A method using graphite furnace atomic absorption Spectrophotometry for determination of vanadium in health foods was established. Samples were prepared by cineration and acid digestion. The best determination conditions such as the procedure of sample digestion and the measurement parameters were defined in this assay. The linear relation was well to the standard contents of vanadium within the range of 0~125 $\mu\text{g/L}$. The coefficient of correlation was $r=0.9998$. The characteristic concentration was 3.4 $\mu\text{g/L}$. Its recovery rate was 93.2%~100.9% and the relative standard deviation was 2.64%~3.86%. The method was simple and presented good reproducibility.

Key Words: Vanadium; Spectrophotometry, Atomic Absorption; Dietary Supplements

钒是人体必需的微量元素之一。它具有刺激造血功能、抑制胆固醇的合成,对心血管疾病的发生以及肾功能有重要的影响。目前保健食品中钒的测定报道甚少。本文对测定时样品消解的条件进行了试验,研究了使用基体改进剂的可能性,提出干法和湿法相结合消解样品,直接采用石墨炉原子吸收法测定保健食品中钒。方法简单快速,分析结果满意。

1 材料与方法

1.1 仪器及其工作条件 Varian 220Z 型原子吸收光谱仪。波长 318.5 nm,狭缝 0.5 nm。热解石墨管。石墨炉升温步骤:干燥 85 $^{\circ}\text{C}$,5 s;95 $^{\circ}\text{C}$,40 s;120 $^{\circ}\text{C}$,15 s;灰化 650 $^{\circ}\text{C}$,斜坡升温 5 s,保持 5 s,停气;原子化 2700 $^{\circ}\text{C}$,斜坡升温 1.3 s,保持 2 s,停气;清除 2700 $^{\circ}\text{C}$,3 s。峰面积测量信号。

钒空心阴极灯。灯电流 8 mA。

1.2 试剂 1 mg/mL V 标准溶液用硝酸(2+98)稀释成工作液 100 $\mu\text{g/L}$ 。硝酸为保证试剂,水为二次

去离子水。

1.3 试验方法 准确称取混合均匀的试样 1.2 g 于 75 mL 瓷皿中。置于电热板上,先低温加热,渐渐升高温度,使试样中有机组分慢慢碳化,碳化完全后。将瓷皿移入高温炉中,在 650 $^{\circ}\text{C}$ 下灰化 5 h 后,取出瓷皿,放冷后加 15 mL 硝酸(1+1),置于电热板上,由低温至高温加热消解,到近干,消化液呈无色透明或略带黄色。必要时可再加少许硝酸再次消解。冷至室温后用硝酸(2+98)将溶液定量转移到 50 mL 容量瓶中。以硝酸(2+98)定容至刻度,摇匀,同时做空白。在原子吸收光谱仪以工作曲线法测定钒含量。

2 结果与讨论

2.1 试样消解方法的选择 保健食品中有大量的有机组分,并有大量无机盐类。如果不消解完全,这些基体可能会影响钒的测定。采用微波消解,产生大量气体,使得消化罐内压力很大,危险性增大。通常的湿法消解在加入硝酸后,产生大量泡沫,试样外

作者简介:李建 男 副主任技师

溢。单纯的干法消解只能灰化有机组分,无机矿物质难以溶解。所以我们采用干法和湿法相结合来消解试样。干法灰化温度对结果至关重要。温度过低,灰化速度慢,灰化不完全;温度过高,待测元素易损失。钒属高温元素,我们选择 650 进行灰化 5 h 为消解条件。由于试样中有不少无机盐类,加酸进行消解,至消解完全。

2.2 基体改进剂的选择 由于钒原子化温度较高,所以通过加入基体改进剂来改善钒的原子化气氛。本试验选择了几种常用基体改进剂,柠檬酸铵(1%)、磷酸氢二铵(1%)、抗坏血酸(1%)、尿素(1%)、硫酸亚铁铵(1%)、磷酸氢二铵和抗坏血酸(1%)作了灵敏度和重现性比较实验。结果表明采用这些基体改进剂后,钒的出现温度并没有明显降低,灵敏度无明显提高,重现性改善不显著,因此在测定中没有采用基体改进剂。

2.3 硝酸/盐酸用量对钒信号影响 保健食品经消解后,溶液中可能残余一定的酸。基于此,本文就硝酸/盐酸用量对钒原子吸收信号影响进行了实验。结果表明硝酸浓度小于 20%,盐酸浓度小于 20%时对钒吸收信号影响不大,这主要是绝大部分酸在干燥和灰化阶段时被除去。为防止试样的溅射与暴沸,本试验采用斜坡升温方式灰化。

2.4 灰化、原子化温度的确定 通过灰化与原子化温度曲线发现,灰化温度高时,钒有挥发损失,灰化温度低不利于基体的挥发除去。本试验选择灰化温度 650。原子化温度是由元素及其化合物的性质决定的,钒属高温元素(b.p. 3 400),我们选择的

原子化温度为 2 700。原子化温度低,原子吸收信号拖尾现象严重。但原子化温度高(> 2 700),使得石墨管可以使用的次数大为减少。即使原子化温度在 2 700,石墨管使用一定次数($n > 100$)后,原子吸收信号也会出现拖尾,并且有记忆效应。这可能与石墨管使用后,热解石墨层缺陷增多有关。

2.5 可溶性钒的测定 保健食品中的钒应是可溶于胃酸,才能易吸收。我们参照食品^[1]用品中的浸泡条件,即每克试样加 20 mL 4%乙酸溶液,进行浸泡时间试验。结果表明浸泡时间在 20 min 内钒即可基本溶解于浸泡液内,浸泡液对钒有良好的溶解度。

2.6 方法的精密性与准确度 钒浓度在 0 ~ 125 $\mu\text{g/L}$ 范围内符合比尔定律,工作曲线为 $Abs = 0.00139C - 0.00027$,相关系数 $r = 0.9998$,特征浓度为 3.4 $\mu\text{g/L}$ 。方法的检出限为 0.14 mg/kg。对某保健食品的二个批号,按试验方法进行测定($n = 6$),样品钒含量分别为 3.03、3.83 mg/kg,相对标准偏差分别为 3.9%和 2.6%。同时进行加标回收实验。加入量为 25 $\mu\text{g/L}$ 和 50 $\mu\text{g/L}$,其平均回收率是 100.9%、93.2%。由此可知,本法具有较好的精密度和准确度。

参考文献:

- [1] GB/T 5009.64—2003. 食品用橡胶垫片(圈)卫生标准的分析方法[S].

[收稿日期:2004 - 05 - 15]

中图分类号:R15;O657.31 文献标识码:B 文章编号:1004 - 8456(2004)05 - 0437 - 02

中华人民共和国卫生部公告

2004 年 第 11 号

近期,我部多次接到关于《食品添加剂使用卫生标准》(GB 2760)使用过程中相关问题的请示。为规范食品添加剂的使用和检验结果判定,现公告如下:

一、食品及食品原料中添加剂的使用必须严格按照《食品添加剂使用卫生标准》(GB 2760)执行。

二、在检验和判定食品中食品添加剂指标时,应结合配料表各成份中允许使用的食品添加剂范围和用量综合判定。

中华人民共和国卫生部
二 四年六月一日