

实验技术与方法

火焰原子吸收光谱法测定牛奶中钾的方法探讨

李孔寿

(南平市延平区疾病预防控制中心, 福建 南平 353000)

摘要:目的 探讨牛奶中钾的火焰原子吸收测定法。方法 用三氯乙酸对牛奶中的蛋白质、脂肪等进行酸沉淀分离,滤液直接用火焰原子吸收法在钾的次灵敏吸收波长(404.4 nm)处测定。结果 在最佳的条件下,钾在0.00~25.00 mg/L范围内线性关系良好($r=0.9999$);相对标准偏差为1.35%~1.96%,样品的加标回收率为95.7%~103.1%。本法与国标 GB/T 5009.91—2003 测定结果比较差异无统计学意义。结论 本方法操作简单,快速,准确,重现性好。

关键词:分光光度法;原子;三氯乙酸;牛奶;钾

Exploration on Method of Potassium in Milk Sample Determined by Flame Atomic Absorption Spectrometry

LI Kong-shou

(Yanping District Center for Disease Control and Prevention, Fujian Nanping 353000, China)

Abstract: **Objective** To explore the method of potassium in milk sample determined by flame atomic absorption spectrometry (FAAS). **Method** The proteins and fats in milk samples were precipitated and isolated by TCA, and the filtrate were directly determined by FAAS at the second sensitive wavelength of potassium (404.4 nm). **Results** In the optimum condition, the linearity range of calibration curve of the potassium was 0.00 - 25.00 mg/L ($r=0.9999$), and the relative standard deviation was 1.35% - 1.96%, and the rate of recovery was 95.7% - 103.1%. There was no significant difference compared with national standard method GB/T 5009.91—2003. **Conclusion** The method was simple, quick and accurate, and had a good reproduction and a satisfactory result.

Key word: Spectrophotometry, Atomic; Trichloroacetic Acid; Milk; Potassium

食品中钾的测定,国标法采用火焰发射光谱法^[1]。近来有报道采用原子吸收光谱法进行测定^[2]。按国标 GB/T 5009.91—2003 操作,样品需经消化,消化液经几次稀释后测定。不仅费时、费电、费试剂,而且可能造成样品的污染和损失,影响测定的准确性。根据文献的报道^[3]以及牛奶的特性,笔者采用在样品中加入三氯乙酸(TCA)溶液,对蛋白质、脂肪等实行酸沉淀分离,样品不经消化直接进样,用原子吸收光谱法在钾的次灵敏线(404.4 nm)进行牛奶中钾的测定。

1 材料与与方法

1.1 材料 TAS-990 SuPer 型原子吸收分光光度计(北京普析通用仪器有限责任公司)、钾空心阴极灯(上海电光器件厂)。

钾标准储备液 (GBW(E) 080125) 由国家标准物

质研究中心提供,浓度1000 mg/L;标准溶液的中间液100 mg/L由标准储备液稀释,标准系列随用随配;24%三氯乙酸(TCA)溶液 称24.0 g分析纯 TCA 用去离子水溶解并稀释到100 ml;水为去离子水。所有容器均用10%硝酸浸泡1 d以上。

1.2 方法 样品制备 移取5~10 ml牛奶置100 ml容量瓶中,加50 ml 24% TCA 溶液,用去离子水调至刻度,30 min内振荡试液5~10次,过滤。准确移2~5 ml滤液注入50 ml容量瓶中,用去离子水稀释至刻度。

钾的测定工作条件 灯电流2 mA;波长为404.4 nm;光谱通带宽2.0 nm;乙炔流量为1.7 L/min;燃烧器高度5 mm。

校正曲线制备 取钾标准液的中间液(100 mg/L) 0.00、1.00、2.50、5.00、7.50、10.00、12.50 ml于7只50 ml容量瓶中,加24% TCA 2.5 ml,用去离子水稀释至刻度。配成0.00、2.00、5.00、10.00、15.00、20.00、25.00 mg/L的标准系列,与试样一起上机测定。

作者简介:李孔寿 男 主任技师

2 结果与讨论

2.1 TCA 用量选择 在 10.00 mg/L 钾的标准中加入不同量的 TCA 溶液。实验表明:加入 24% TCA 溶液 2.5 ml 最为适合(溶液中含 TCA 1.2%)。因此,选择在试样和标准系列中,其最后溶液中含 TCA 的量为 1.2%。

2.2 吸收波长的选择 牛奶中钾的含量较高,属于常量分析,选择钾的次灵敏波长 404.4 nm 作测定波长,不但能满足试样测定的要求;且试样稀释倍数小,提高了测定的稳定性和重现性。

2.3 共存离子干扰 根据牛奶中有关物质的含量,按试验条件测定 10.00 μg/ml 钾,当相对误差不超过 ±2% 时,允许下列离子共存(以 μg 计)Na⁺ (100)、Ca²⁺ (100)、Mg²⁺ (100)、Fe³⁺ (100)、Zn²⁺ (100)。本法对钾离子有较好的选择性。这与文献报道相一致^[2]。

2.4 校正曲线 在试验条件下,钾在 0.00 ~ 25.00 mg/L 范围内线性良好,校正曲线为 $y = 412.65x + 0.0353$, $r = 0.9999$ 。

2.5 方法的准确度 按样品分析步骤对 4 份样品分别加入低、中、高含量的钾标准液,进行加标回收率实验,结果钾的回收率在 95.7% ~ 103.1% 之间。样品中加入低、中、高含量的钾标准的平均回收率分别为:99.95%、99.73%、99.38% (表 1)。

2.6 方法的精密度

应用该法对 4 种不同牛奶分别进行 20 次测定,结果 RSD 为 1.35% ~ 1.96% (表 2)。

2.7 本法与国标方法比较 分别取不同牛奶 5 份,按本法与国标法同时测定,应用对子 t 检验对两种方法进行比较, $t = \bar{d} \sqrt{n} / s_d$ (\bar{d} 和 s_d 分别为配对结果的差值 d 的平均值和标准偏差),计算得到 t 值为 0.196,而临

界值 $t_4 = 2.77$ ($\alpha = 0.05$),实验计算值 t 小于临界值,表明两种测定方法差异无统计学意义(表 3)。

表 1 回收率实验结果

样品编号	本底值 (μg/ml)	标准加入量 (μg/ml)	测定值 (μg/ml)	回收率 (%)
1	7.21	5.00	12.30	101.8
		10.00	17.15	99.4
		15.00	21.56	95.7
2	7.76	5.00	12.90	102.8
		10.00	17.92	101.6
		15.00	23.22	103.1
3	6.39	5.00	11.20	96.2
		10.00	16.23	98.4
		15.00	21.75	102.4
4	6.75	5.00	11.70	99.0
		10.00	16.70	99.5
		15.00	21.19	96.3

表 2 精密度试验

样品编号	测定次数	范围 (μg/ml)	平均值 (μg/ml)	标准偏差 (s)	相对标准差 (%)
1	20	6.07 ~ 6.63	6.39	0.125	1.96
2	20	7.54 ~ 7.98	7.85	0.118	1.50
3	20	7.74 ~ 8.15	7.87	0.106	1.35
4	20	7.14 ~ 7.56	7.40	0.110	1.49

表 3 牛奶中钾含量的测定结果比较

样品编号	本法 (g/L)	国标法 (g/L)	差值 (d)
1	1.40	1.39	0.01
2	1.51	1.49	0.02
3	1.15	1.15	0.00
4	1.51	1.55	- 0.04
5	1.42	1.42	0.00

参考文献

- [1] GB/T 5009.91—2003. 食品中钾的测定方法[S].
- [2] 宋吉利,陈旭伟,于春霞,等. 原子吸收光谱法测定浓缩果汁饮料的钾[J]. 中国卫生检验杂志, 2006, 16(3): 312.
- [3] 穆家鹏. 原子吸收分析方法手册[M]. 北京:原子能出版社, 1989:141.

[收稿日期:2008 - 11 - 20]

中图分类号:R15;O657.3;O614.113 文献标识码:B 文章编号:1004 - 8456(2009)02 - 0131 - 02

中华人民共和国卫生部

卫办监督函[2008]780 号

卫生部办公厅关于硫酸亚铁使用问题的复函

质检总局办公厅:

你厅《关于请对食品臭干子中使用食品级硫酸亚铁做安全性评价的函》(质检办食监函[2008]633 号)收悉。经研究,现回复如下:

《食品添加剂使用卫生标准》未将硫酸亚铁纳入着色剂范围,不能作为着色剂用于食品臭干子的生产。

关于申请将硫酸亚铁作为食品添加剂着色剂使用问题,应按《食品卫生法》和《食品添加剂卫生管理办法》执行。

专此函复。

卫生部办公厅
二 八年十一月二十六日