

电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法 测定四种奶片中的钙和镁

李颖^{1,2}

(1 北矿检测技术有限公司, 北京 102628;

2 北京矿冶科技集团有限公司, 北京 100160)

摘要 采用 $\text{HNO}_3\text{-HClO}_4$ 混酸体系溶解奶片, 电感耦合等离子体原子发射光谱法测定试样中的钙和镁含量, 结果表明非糖果型奶片中钙和镁的含量较高。通过加标回收实验, 钙和镁的加标回收率为 96.7%~101%, 相对标准偏差均小于 3%, 方法准确、快捷, 为研究奶片在儿童成长发育中的作用提供了相关的依据。

关键词 奶片; 电感耦合等离子体原子发射光谱法; 钙和镁

中图分类号: O657.31; TH744.11

文献标志码: A

文章编号: 2095-1035(2019)06-0069-04

Determination of Ca and Mg in Four Kinds of Milk Tablets by Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry(ICP-AES)

LI Ying^{1,2}

(1. BGRIMM MTC Technology Co., LTD., Beijing 102628, China; 2. BGRIMM Technology Group, Beijing 100160, China)

Abstract The milk tablets were dissolved by $\text{HNO}_3\text{-HClO}_4$ mixed acid system, and the contents of calcium and magnesium in the samples were determined by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry. The results showed that the calcium and magnesium contents in the sugar-free milk tablets were relatively high. Through standard addition recovery experiments, the recoveries of calcium and magnesium were between 96.7% and 101%, and the relative standard deviations were lower than 3%. The method is accurate and fast, and provides a basis for studying the role of milk tablet in children's growth and development.

Keywords milk tablets; inductively coupled plasma atomic emission spectrometry; Ca and Mg

前言

奶制品因其营养丰富, 成为许多儿童成长过程中必不可少的一种营养食品。奶片是奶制品中的一种, 由于其口味清甜, 奶香浓郁, 因而备受小朋友们

的喜爱, 并且与其它零食相比, 奶片富含牛奶蛋白、牛奶脂肪以及较高的能量, 其中的营养也相对更为丰富, 因此奶片也成为很多家长的首选零食。奶片中富含的钙和镁都是人体所必需的元素, 钙是人类牙齿和骨骼主要的无机成分, 婴幼儿时期代谢最为

收稿日期: 2019-05-07 **修回日期**: 2019-07-11

基金项目: 国家重大科学仪器设备开发重点专项(2016YFF0102500)

作者简介: 李颖, 女, 工程师, 主要从事矿石和冶金样品中重金属元素的分析研究。E-mail: lixintong_0105@163.com

本文引用格式: 李颖. 电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法测定四种奶片中的钙和镁[J]. 中国无机分析化学, 2019, 9(6): 69-72.

LI Ying. Determination of Ca and Mg in Four Kinds of Milk Tablets by Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry(ICP-AES)[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2019, 9(6): 69-72.

旺盛,这个阶段体内的钙量会直接影响到前期的生长发育;镁是人体细胞内的主要阳离子,是体内多种细胞基本生化反应的必需物质,两者在生物体正常生命活动中都缺一不可。此外,钙与镁在一定的比例条件下,镁还可以促进钙的吸收。选取了四种不同的奶片,并采用电感耦合等离子体原子发射光谱法测定了这四种奶片中钙和镁的含量^[1-3]。

1 实验部分

1.1 试剂

HNO₃、HCl、HClO₄ 均为优级纯,所用水为去离子水。

钙和镁单元素标准储备溶液(1 000 mg/L):由国家钢铁材料测试中心钢铁研究总院提供;奶片为实体商店购买。

1.2 仪器

所用仪器为电感耦合等离子体原子发射光谱仪

表 1 仪器测量参数

Table 1 Parameters of instrument

项目	参数	项目	参数	项目	参数
雾化气流量/(L·min ⁻¹)	0.60	高频功率/W	1 150	一次读数时间/s	5
辅助气流量/(L·min ⁻¹)	1.50	进液泵速/(r·min ⁻¹)	15	稳定时间/s	20
等离子气流量/(L·min ⁻¹)	15.0	观测高度/mm	10	清洗时间/s	15

1.4 工作曲线配制

分别移取适量的钙和镁标准储备溶液于两组 100 mL 容量瓶中,配制标准溶液备用。再根据工作曲线中标准点的浓度,分别移取一定量配制好的钙

(美国安捷伦科技公司),仪器的各项工作参数如表 1 所示。

1.3 实验方法

分别取四种奶片于洗净的玛瑙研钵中研磨成细粉状,并将试样放入 100 ℃烘箱中烘干至恒重,待冷却后放入干燥器中备用。其中,1[#] 为普通原味奶片,2[#] 为儿童型原味奶片,3[#] 为糖果型奶片,4[#] 为进口型原味奶片。准确称取 0.50 g(精确至 0.000 1 g)试样,并轻轻倒入干净的聚四氟乙烯烧杯中,按 4 : 1 的比例加入 10 mL HNO₃-HClO₄^[4-6],置于电热板上低温加热消解,待黄烟冒尽样品呈湿盐状时,取下烧杯冷却至室温,加入 5 mL HNO₃,用少量去离子水将杯壁冲洗干净,低温加热至可溶性盐溶解,取下烧杯,冷却后转移至 100 mL 容量瓶中,用去离子水稀释定容,并充分摇匀。随同试样附带空白实验。在一定的仪器条件下,用 ICP-AES 法测定试样中 Ca 和 Mg 的含量。

和镁标准溶液于 100 mL 容量瓶中,加入 5 mL HNO₃,用水稀释并定容至刻度线,摇匀。此混合标准溶液的工作曲线见表 2。

表 2 工作曲线

Table 2 Working curves

标准系列		标准点浓度/(g·mL ⁻¹)						相关系数
元素								
Ca	0.00	1.00	5.00	10.00	20.00	30.00		0.999 974
Mg	0.00	0.50	1.00	2.00	5.00	10.00		0.999 994

2 结果与讨论

2.1 被测元素谱线选择

经实验,结合光谱干扰、仪器灵敏度和待测元素波长的强度因素,最终分别选取 422.673 nm 和 285.213 nm 作为 Ca 和 Mg 的测定波长。选择合适的扣背景位置,所选用的分析线基本没有光谱干扰。

2.2 试样消解方法选择

准确称取 0.50 g(精确至 0.000 1 g)样品,并选取如表 3 所示 3 种方法消解样品。

表 3 三种方法比较

Table 3 Comparison of the three methods

方法	试剂	试剂用量/mL	实验现象
方法一	HNO ₃	10	溶液浑浊,有不溶物
方法二	HNO ₃ -HCl(3 : 1)	10	溶液浑浊,有不溶物
方法三	HNO ₃ -HClO ₄ (4 : 1)	10	溶液清澈,无色透明

从表 3 可以发现,浓硝酸和浓硝酸-浓盐酸混酸体系均不能将试样完全消解,有不溶物留存在试液中,因此实验选用方法三[HNO₃-HClO₄(4 : 1)]溶解样品。

2.3 方法的检出限

连续测定 11 次试剂空白液,计算出标准偏差,其中检出限为 3 倍的标准偏差,测定下限为 5 倍的检出限,结果如表 4 所示。从表 4 数据可以看出,钙和镁的测定下限都能满足分析方法的最低浓度要求。

表 4 仪器检出限和方法的测定下限

Table 4 Detection limit of instrument and method (/(g · mL ⁻¹)		
元素	Ca	Mg
检出限	0. 005 6	0. 004 0
检测下限	0. 028	0. 020

2.4 仪器短时稳定性

将钙和镁最大质量浓度标准溶液连续测定 6 次,计算其发射光绝对强度的相对标准偏差,结果分

表 5 方法的精密度实验结果

Table 5 Precision test results of Ca and Mg								
元素	Ca				Mg			
样品编号	1#	2#	3#	4#	1#	2#	3#	4#
平均值/%	0. 297	0. 448	0. 066	0. 491	0. 024	0. 042	0. 017	0. 048
RSD/%	0. 98	2. 6	0. 83	1. 1	0. 83	2. 2	1. 1	0. 98

表 6 试样加标回收实验

Table 6 Recovery rate of samples

试样编号	元素	平均值/%	加入量/g	测得量/g	回收率/%
1#	Ca	0. 297	750	2 214	97. 2
		0. 297	1 500	3 006	101
		0. 297	3 000	4 429	98. 1
	Mg	0. 024	50	168. 42	97. 8
		0. 024	100	219. 07	99. 6
		0. 024	200	312. 93	96. 7
2#	Ca	0. 448	1 000	3 236	99. 6
		0. 448	2 000	4 253	101
		0. 448	4 000	6 187	98. 7
	Mg	0. 042	100	312. 08	100
		0. 042	200	408. 74	98. 4
		0. 042	400	606. 95	98. 7
3#	Ca	0. 066	200	533. 22	101
		0. 066	400	724. 60	98. 3
		0. 066	800	1108	97. 1
	Mg	0. 017	50	134. 72	100
		0. 017	100	181. 36	96. 9
		0. 017	200	281. 97	98. 7
4#	Ca	0. 491	1 250	3 697	99. 4
		0. 491	2 500	4 941	99. 4
		0. 491	5 000	7 294	96. 8
	Mg	0. 048	100	339. 81	99. 8
		0. 048	200	438. 72	99. 4
		0. 048	400	629. 59	97. 4

3 结论

实验表明,采用硝酸-高氯酸溶解试样,电感耦

别为 0. 62%和 0. 87%,均小于通常所要求的 1%,表明仪器短时稳定性良好。

2.5 方法精密度实验

根据实验方法,对四个样品分别试验 11 次,得到 11 组实验数据,计算平均值和相对标准偏差,结果如表 5 所示,四个样品中钙和镁的相对标准偏差都比较小,均小于 5%。并且可以发现,2# 和 4# 样品中的钙和镁含量较高,1# 次之,3# 样品中的钙和镁含量明显较低。

2.6 方法准确度实验

在四个试样中加入一定量的待测元素,并按照实验方法进行加标回收率测定,结果见表 6,从表 6 中可以看出,各元素的加标回收率在 96. 7%~101%,表明方法结果准确可靠。

合等离子体原子发射光谱法测定其中的钙、镁含量,方法准确、操作快捷。钙是人体内多种酶的激活剂,能够维持人体各器官的正常运作,镁是重要的神经传导物质,也是钙、钾、钠等代谢所必需的物质,两者的缺失均会造成人体生理障碍,在人体生命活动中都必不可少。本实验中,非糖果型奶片中的钙和镁含量均高于糖果型奶片中的钙镁含量,并且,非糖果型奶片中的 2# 和 4# 样中钙和镁的含量高于 1# 样品,相比之下更适于儿童钙镁元素的摄入。

参考文献

[1]王生进,张琳,刘春虎,等. 电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法测定人发中铜、锌、钙、镁、铁[J]. 中国无机分析化学,2016,6(1): 69-72.
WANG Shengjin, ZHANG Lin, LIU Chunhu, et al. Determination of Cu, Zn, Ca, Mg and Fe in human hair by ICP-AES [J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2016, 6(1): 69-72.

[2]马征,常雅宁. 微波消解-ICP-OES 法同时测定婴幼儿奶粉中的 14 种无机元素[J]. 中国乳品工业,2017, 45(1): 43-46.
MA Zheng, CHANG Yaning. Determination of 14 trace elements in infant formula milk powder by microwave digestion-ICP-OES [J]. China Dairy Industry, 2017, 45(1): 43-46.

[3]代华均,祝秀江,尹庆红. 电感耦合等离子体发射光谱

(ICP-OES)法测定橘子汁中钙和镁[J]. 中国无机分析化学, 2018, 8(1): 64-66.

DAI Huajun, ZHU Xiujiang, YIN Qinghong. Determination of Ca and Mg in orange juice by ICP-OES [J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2018, 8(1): 64-66.

[4]中华人民共和国卫生部, 中国国家标准化管理委员会. 食品卫生检验方法理化部分(一): 食品中钙的测定: GB/T5009.92—2003[S]. 北京: 中国标准出版社, 2003
The Ministry of Health of the P. R. China, Standardization administration of the P. R. China. methods of food hygienic analysis-physical and chemical section (One): GB/5009.92—2003[S]. Beijing: China Standard Press, 2003.

[5]陈丹瑾, 牟光庆, 姜铁民, 等. 乳及乳制品中矿物质元素检测方法的研究进展[J]. 食品与机械, 2015, 31(3): 246-250.

CHEN Danjin, MOU Guangqing, JIANG Tiemin, et al. Research progress on determination method of mineral elements in milk and dairy products [J]. Food & Machinery, 2015, 31(3): 246-250.

[6]韩晓. 电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法测定硒片中的硒、铁、钙和锌[J]. 中国无机分析化学, 2017, 7(1): 69-71.

HAN Xiao. Determination of selenium, iron, calcium and zinc in selenium tablets by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry [J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2017, 7(1): 69-71.

2020 年《中国无机分析化学》征稿征订启事

●技术交流的平台 ●无机分析的阵地
●企业联系的桥梁 ●同行朋友的纽带

《中国无机分析化学》是由北京矿冶科技集团主办的无机分析化学专业性学(技)术期刊。本刊包括有毒有害物质分析(专栏)、岩矿分析、冶金分析、材料分析、环境分析、化工分析、生物医药分析、食品分析、仪器研制、综述评论、技术交流、信息之窗等栏目。读者对象为从事无机分析化学及相关技术的广大科研人员、工程技术人员、管理人员、大专院校师生、相关公司及企事业单位。本刊也是相关图书、情报等部门必不可少的信息来源。

《中国无机分析化学》是美国“CA 千种列表”中我国化学化工类核心期刊, 部分文章被 SCI 收录, 美国《史蒂芬斯全文数据库》(EBSCOhost)、日本《科学技术文献速报》(CBST, JICST)、日本《科学技术振兴机构(中国)文献数据库》(JSTChina)、美国《乌利希国际期刊指南》、《中文科技期刊数据库》、《中国核心期刊(遴选)数据库》、《中国科学引文数据库》刊源, 中国期刊网入网期刊, 《中国学术期刊》(光盘版)入编期刊。

《中国无机分析化学》一直秉承“读者第一, 作者至上, 以人为本, 以质为根”的办刊理念, 全方位为中国无机分析化学工作者服务, 促进中国无机分析化学行业的发展!

《中国无机分析化学》在国内外公开发行, 双月刊, 大 16 开, 单价 20.00 元, 全年 120.00 元。全国各地邮局发行, 如有漏订的单位和读者, 请直接与编辑部联系。

国内邮发代号: 80-377

国外发行代号: Q9045

CODEN: ZWFHAZ

电话: 010-63299759

E-mail: zgwjfxhx@163.com

地址: 北京市南四环西路 188 号总部基地十八区 23 号楼 1406

投稿网址: <http://zgwjfxhx.bgrimm.cn>

国内统一连续出版物号: CN 11-6005/O6

国际标准连续出版物号: ISSN 2095-1035

京西工商广字第 0425 号

传真: 010-63299754

邮政编码: 100160