

微波消解-火焰原子吸收法测定平湖糟蛋中锌含量

徐秋生*, 徐叶美

(平湖市食品药品检测中心, 平湖 314200)

摘要: **目的** 建立利用微波消解样品, 火焰原子吸收法测定平湖糟蛋中锌含量的检测方法。**方法** 加入 8 mL HNO₃+2 mL H₂O₂ 组成的消化液, 采用多阶段程序升温, 最后微波消解-火焰原子吸收法测定。**结果** 测得平湖糟蛋中锌含量范围 18.10~24.76 mg/kg, 锌的回收率 96.45%~103.27%, 相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)为 2.07%。**结论** 本方法操作简便、污染少、回收率高, 测定结果准确可靠。

关键词: 锌; 平湖糟蛋; 微波消解; 火焰原子吸收法

Determination of zinc content in Pinghu egg preserved in rice wine by microwave digestion-flame atomic absorption spectrometry

XU Qiu-Sheng*, XU Ye-Mei

(Pinghu Food and Drug Inspection Center, Pinghu 314200, China)

ABSTRACT: Objective To establish a method to determine zinc content in Pinghu egg preserved in rice wine by microwave digestion-flame atomic absorption spectrometry. **Methods** Samples was added by digested solution including 8 mL HNO₃ and 2 mL H₂O₂, and determined by microwave digestion-flame atomic absorption spectrometry after multi-step warming program. **Results** Zinc content in Pinghu egg preserved in rice wine ranged from 18.10 mg/kg to 24.76 mg/kg, zinc recovery rate was 96.45%~103.27%, and the relative standard deviation (RSD) was 2.07%. **Conclusion** The developed method is easy to operate, environment-friendly with high recovery rate. The result is accurate and reliable.

KEY WORDS: zinc; Pinghu egg preserved in rice wine; microwave digestion; flame atomic absorption spectrometry

锌是人体不可缺少的营养元素之一, 是维持机体生长发育, 维持人体正常的味觉功能与食欲, 促进正常发育不可缺少的元素之一^[1-2], 缺锌将出现食欲不振、精神错乱, 从而影响人体免疫功能。然而锌摄入量过多也会导致锌中毒, 人体长期处于高锌状态可导致肝、肾功能和免疫力受损, 出现恶心、呕吐、腹泻等胃肠道症状^[3]。平湖糟蛋(以下简称糟蛋)是中华老字号产品, 已有 250 多年的生产历史, 糟蛋营养丰富, 含有多种维生素和微量元素, 如铁、钙、镁

和锌等金属微量元素^[4]。在 GB 2749-2003《蛋制品卫生标准》^[5]中明确了蛋制品中锌含量限量要求, 不得超过 50 mg/kg。

原子吸收光谱法具有灵敏度好、选择性高、测定元素种类多等优点, 作为微量元素测定的首选方法, 目前广泛应用于食品中重金属元素的检测^[6]。传统的样品前处理方法主要是湿法消化法和干法灰化法, 湿法消化消解过程中需要使用大量强酸、费时费力、易污染环境, 而干法灰化存在消化时间长、易造成污

*通讯作者: 徐秋生, 学士, 工程师, 主要研究方向为食品、农产品仪器分析检测。E-mail: xuqsh@163.com

*Corresponding author: XU Qiu-Sheng, Engineer, Pinghu Food and Drug Inspection Center, No.216, Ring Road north two, Pinghu 314200, Zhejiang Province, China. E-mail: xuqsh@163.com

染和损失、消化不完全等缺点^[7-9]。微波消解法是近年来发展起来的技术,具有快速、完全、挥发损失少、污染小等特点,已成为目前较为理想的食品中重金属元素测定的前处理方法^[10-12]。本研究采用微波消解-火焰原子吸收法测定糟蛋中锌含量,与国标干法灰化法相比,旨在找到准确、快速、稳定地测定蛋制品中锌含量的方法。

1 材料和方法

1.1 材料

糟蛋,平湖市龙牌糟蛋有限公司生产。

1.2 仪器

美国 PerkinElmer AA400 原子吸收分光光度计,美国 CEM Mars6 微波消解仪,梅特勒 AL204 电子天平,LabTech ED16 电热消解仪。

1.3 试剂

硝酸、过氧化氢和盐酸均为优级纯(国药集团化学试剂有限公司);超纯水(国产超纯水机);锌标准溶液(1 mg/mL,国家标准物质研究中心);所有玻璃仪器均以(1+1)硝酸溶液浸泡 24 h 以上,再用超纯水洗净备用。

锌标准使用液(100 μg/mL):吸取 10 mL 锌标准溶液置于 100 mL 容量瓶中,以盐酸(0.1 mol/L)稀释至刻度混匀。

2 试验方法

2.1 仪器工作参数

锌元素波长 213.9 nm,灯电流 6 mA,狭缝宽度 0.7 nm,空气流量 10 L/min,乙炔流量 2.5 L/min。

2.2 样品制备

干法灰化法准确称取均质糟蛋试样 2.5 g(精度至 0.0001 g)至瓷坩埚炭化,然后移至马弗炉中灰化,具体按 GB/T 5009.14-2003《食品中锌的测定》^[13]操作,用(1 mol/L)盐酸溶液定容至 25 mL,混匀备用。同时做试剂空白。

微波消解法准确称取均质糟蛋试样 0.5 g(精度至 0.0001 g)至四氟乙烯消解罐中,加入消化液,拧紧盖子将消解罐放入微波消解仪中,微波消解程序按表 1 进行设定^[14],消解完成后自然冷却至室温取出,电

热消解仪赶酸至 1 mL 左右,用(1 mol/L)盐酸溶液定容至 25 mL,混匀备用。同时做试剂空白。

表 1 微波消解程序

Table 1 The procedure of microwave digestion

步骤	功率(W)	压力(Pa)	升温时间(min)	温度(°C)	保持时间(min)
1	1200	350	5	120	3
2	1200	350	8	180	10

2.3 锌标准曲线溶液配制

分别吸取 0、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00 mL 锌标准使用液于 50 mL 容量瓶中,以(1 mol/L)盐酸溶液稀释至刻度(各容量瓶中每毫升分别相当于 0、0.4、0.8、1.2、1.6、2.0 μg 锌),混匀备用。

3 结果与讨论

3.1 消化液选择

微波消解一般选用一定比例的硝酸和过氧化氢混合酸作为消化液,消解后易于除去多余的酸,从而减少对原子吸收测定的干扰^[15]。按 2.2 中微波消解法的规定,采用相同的微波消解程序进行消解,消化液的比例和用量如表 2 所示。

表 2 消化液组成成分比例

Table 2 The composition ratio of digestion liquid

HNO ₃ (mL)	H ₂ O ₂ (mL)
5.0	5.0
6.0	4.0
7.0	3.0
8.0	2.0
9.0	1.0

结果表明在 8 mL HNO₃+2 mL H₂O₂ 组成的消化液比例条件下,采用多阶段程序升温,消解液澄清透明,无残渣析出,消解完全彻底。消化液用量控制在 10 mL 左右,用量过少将导致消解不完全,用量过多会导致消解罐内压力过大,影响最终测定结果。

3.2 标准曲线绘制

按照仪器工作参数,用火焰原子吸收法测定锌标准溶液,根据测得的试验数据以锌浓度为横坐标 X,对应的各吸光度值 A 为纵坐标 Y,绘制标准曲线。

测得标准曲线方程为 $Y=0.4003X+0.0002$, 线性相关系数 $R=0.9989$, 详见图 1。

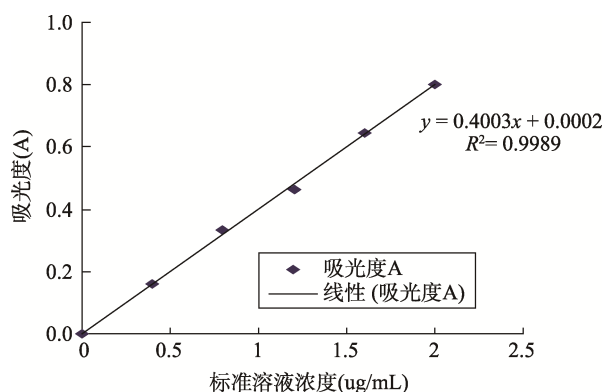


图 1 锌标准曲线

Fig. 1 Zinc standard curve

3.3 锌含量测定结果

取不同生产日期均质后糟蛋样品 3 份, 每份做平行试验, 经微波消解后定容至 25 mL, 调节仪器工作参数, 用火焰原子吸收法测定锌含量, 检测结果见表 3。

表 3 测定结果

Table 3 The results of determination

元素	样品编号	称样量(g)	测定值(mg/kg)	平均值(mg/kg)
Zn	1#	0.5005	24.85	24.76
		0.5011	24.68	
	2#	0.5014	21.54	21.58
		0.5009	21.62	
	3#	0.5012	18.06	18.10
		0.5003	18.15	

表 3 结果表明, 糟蛋锌含量范围 18.10~24.76 mg/kg, 符合 GB 2749-2003《蛋制品卫生标准》^[5] 要求。

3.4 精密度实验

取同一均质后糟蛋样品 6 份, 做精密度实验, 经微波消解后定容至 25 mL, 调节仪器工作参数, 用火焰原子吸收法测定锌含量, 检测结果见表 4。

表 4 结果表明, 锌含量相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)为 2.07%, 说明该方法有良好的重现性和精密度。

表 4 精密度实验结果

Table 4 The results of precision experiment

元素	样品编号	称样量(g)	测定值(mg/kg)	平均值(mg/kg)	RSD(%)
Zn	1#	0.5012	20.48	20.73	2.07
	2#	0.5008	20.86		
	3#	0.5006	21.17		
	4#	0.5001	20.52		
	5#	0.5015	21.21		
	6#	0.5005	20.12		

3.5 回收率实验

取同一均质后糟蛋样品 6 份, 加入不同量的锌标准物质, 做回收率试验, 经微波消解后定容至 25 mL, 调节仪器工作参数, 用火焰原子吸收法测定锌含量, 检测结果见表 5。

表 5 回收率实验结果

Table 5 The results of recovery

元素	本底值(mg/kg)	加标量(ug/mL)	加标后(mg/kg)	回收率(%)
Zn	20.73	0.4	40.10	96.85
			40.02	96.45
		0.8	61.18	101.10
			60.58	99.62
		1.2	82.69	103.27
			82.06	102.22

表 5 结果表明, 锌加标回收率 96.45%~103.27%, 平均回收率为 99.92%, 说明该方法有较好的准确度。

3.6 结果比较

取与微波消解法相同生产日期的糟蛋样品 3 份, 经干法灰化后定容至 25 mL, 调节仪器工作参数, 用火焰原子吸收法测定锌含量, 结果见表 6。

表 6 微波消解与干法灰化锌含量结果比较

Table 6 The comparison of results of zinc between microwave digestion and dry-ashing

样品编号	Zn 含量(mg/kg)	
	微波消解	干法灰化
1#	24.76	24.05
2#	21.58	20.89
3#	18.10	17.52

表6结果表明,微波消解法测得糟蛋中锌含量略高于干法灰化测得的结果,数值相差不在3%左右,检测结果令人满意。

4 结 论

通过实验,确定了采用8 mL HNO₃+2 mL H₂O₂的消化液比例,多阶段程序升温的微波消解条件,简化了操作过程,节省了检测时间,提高了工作效率,与国标干法灰化法比较后,验证采用微波消解-火焰原子吸收法测定糟蛋中锌含量的可行性,最终测得糟蛋中锌含量范围18.10~24.76 mg/kg,锌的回收率96.45%~103.27%,相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)为2.07%。结果表明采用微波消解-火焰原子吸收法测定糟蛋中锌含量方法操作简便、污染少、回收率高,测定结果准确可靠,适用于蛋制品中锌含量的快速检测。

参考文献

- [1] 刘军, 李晓雯. 微量元素锌与人体健康[J]. 中国热带医学, 2003, 3(1): 64-66.
Liu J, Li XW. Microelement-Zinc and human health[J]. China Tropical Med, 2003, 3(1): 64-66.
- [2] 许敏伟, 陈靓, 赵演. 微波消解-火焰原子吸收法检测肉制品中的锌元素[J]. 食品安全质量检测学报, 2013, 4(4): 1161-1164.
Xu MW, Chen L, Zhao Y. Zinc microwave digestion flame atomic absorption spectrometry detection in meat products [J]. J Food Saf Qual, 2013, 4 (4): 1161-1164.
- [3] 李梅, 其其格, 高娃, 等. 蛋黄粉中锌元素含量检测方法的研究[J]. 中国食品工业, 2011, 6: 45-46.
Li M, Qi QG, Gao W, *et al.* Study on Detection Method of Zinc in Egg Yolk Powder [J]. China Food Ind, 2011, 6: 45-46.
- [4] 汪建国, 尤明泰. 糟蛋的加工技艺和特征[J]. 中国酿造, 2010, 9: 139-141.
Wang JG, You MT. Process techniques and features of Chinese wine cured egg [J]. China Brewing, 2010, 9: 139-141.
- [5] GB 2749-2003 蛋制品卫生标准[S].
GB 2749-2003 Hygienic standard for egg products, State Standard of the People's Republic of China [S].
- [6] 曹珺, 赵丽娇, 钟儒刚. 原子吸收光谱法测定食品中重金属含量的研究进展[J]. 食品科学, 2012, 33(7): 304-309.
Cao J, Zhao LJ, Zhong RG. Research progress in the determination of heavy metal content in food by atomic absorption spectrometry[J]. Food Sci, 2012, 33 (7): 304-309.
- [7] 刘华. 微波消解技术在分析食品中微量元素方面的应用[J]. 中国卫生检验杂志, 2001, 11(4): 406-408.
Liu H. The technical application of the method breaking down the food sample in the special microwave oven for analyzing micro-element [J]. Chin J Health Lab Technol, 2001, 11(4): 406-408.
- [8] 黎中良, 黄志伟. 微波消解-原子吸收光谱法测定大蒜中镁钙 锌 铜 锰 铁的 含量[J]. 微量元素与健康研究, 2006, 23(1): 40-42.
Li ZL, Huang ZW. Determination of Mg, Ca, Zn, Cu, Mn and Fe in garlic by microwave digestion-atomic absorption spectrometry[J]. Stud Trace Elements Health, 2006, 23(1): 40-42.
- [9] 黄志伟, 黎中良, 韦庆敏. 微波消解-火焰原子吸收光谱法测定紫菜中八种微量元素[J]. 广东微量元素科学, 2007, 14(1): 41-44.
Huang ZW, Li ZL, Wei QM. Determination of eight trace element in laver by digestion-flame atomic absorption [J]. Guangdong Trace Elements Sci, 2007, 14(1): 41-44.
- [10] 杨屹, 侯翔燕, 王书俊, 等. 微波消解-AAS 法测芦荟中微量元素元素锌、锰、镉、铅[J]. 光谱学与光谱分析, 2004, 24(12): 1672-1675.
Yang Y, Hou XY, Wang SJ, *et al.* Analysis of microwave digestion -AAS method to measure trace elements zinc and manganese, cadmium and lead [J]. Spectrosc Spectr Anal, 2004, 24(12): 1672-1675.
- [11] 张慧, 高勤芬, 李鑫, 等. 微波消解-ICP-AES 法同时测定火腿中多种元素[J]. 食品与机械, 2010, 26(1): 61-63.
Zhang H, Gao QF, Li X, *et al.* Simultaneous determination of multi-elements in ham by microwave digestion and ICP-AES[J]. Food Mach, 2010, 26(1): 61-63.
- [12] 李晶, 王芬. 火焰原子吸收光谱法测定冬枣中的铁和锌[J]. 光谱实验室, 2013, 30(5): 2591-2594.
Li J, Wang F. Determination of Iron and Zinc in Winter Jujube by flame atomic absorption spectrometry[J]. Chin J Spectrosc Lab, 2013, 30(5): 2591-2594.
- [13] GB/T 5009.14-2003 食品中锌的测定 [S].
GB/T 5009.14-2003 Determination of zinc in foods [S].
- [14] 秦青, 李海霞. 微波消解火焰原子吸收光谱法测定茶叶中的锌[J]. 四川环境, 2007, 26(1): 46-48.
Qin Q, Li HX. Determination of Zn in Teas by Microwave Digestion Atomic Absorption Spectrophotometry[J]. Sichuan Environ, 2007, 26(1): 46-48.
- [15] 周志, 唐巧玉, 汪兴平, 等. 微波消解-原子吸收法快速测定莼菜中铜、锌的含量[J]. 食品科学, 2007, 28(6): 285-287.
Zhou Z, Tang QY, Wang XP, *et al.* Microwave digestion atomic absorption spectrometry determination of copper, zinc in brasia schreberi [J]. Food Sci, 2007, 28 (6): 285-287.

(责任编辑: 赵静)

作者简介



徐秋生, 学士, 工程师, 主要研究方向为食品、农产品仪器分析检测。
E-mail: xqsh@163.com