

食物中铁、铜、锰、镁、锌的测定方法

原子吸收分光光度法

1.原理

每种元素的原子能够吸收其特定波长的光能，而吸收的能量值与该光路中该元素的原子数目成正比。用特定波长的光照射这些原子，测量该波长的光被吸收的程度，用标准溶液制成校正曲线。根据被吸收的光量求出被测元素的含量。

2.适用范围

依据中华人民共和国国家标准，铁：GB12396-90，铜：GB/T5009.13-96，锰：GB12396-90，镁：GB12396-90，锌：GB/T5009.14-96。适用于所有食品及保健品中元素含量的测定，其元素含量在 1mg/kg 浓度以上。

3.仪器

原子吸收光谱分光光度计

4.试剂

(1) 硝酸 (GB) 高氯酸 (GB)

(2) 混合酸消化液：硝酸+高氯酸 按 4: 1 混合

(3) 0.5mol/L 硝酸溶液：取 33mL 硝酸，加去离子水稀释至 1000mL，定溶即成。

(4) 0.121%盐酸

(5) 去离子水：(KΩ) 80 万以上。

(6) 国家标准物质研究中心提供的标准贮备液：铁标准溶液、铜标准溶液、锰标准溶液、锌标准溶液、镁标准溶液，以上标准液浓度均为 1000μg/mL

(7) 标准质控物：国家标准物质研究中心提供的猪肝粉，室温干燥保存。

(8) 标准储备液的配制：吸取上述标准溶液各 10mL (镁 5mL)，分别移入 100 mL 容量瓶中，然后用稀释用溶液定容至 100 mL (铁、铜、锰、镁用 0.5mol/L 硝酸溶液稀释定容，锌用 1%盐酸稀释定容)。

以上各溶液须放聚乙烯瓶内，4℃冰箱保存。

5.操作步骤

5.1 样品制备：每种样品采集的总重量不得少于 1.5Kg，样品须打碎混匀后再称重。鲜样（如：蔬菜、水果、鲜鱼等）应先用水冲洗干净后，再用去离子水充分洗净，凉干后打碎称重。所有样品应放在塑料瓶或玻璃瓶中 4℃或室温保存。

5.2 样品消化：准确称取样品干样(0.3-0.7g 左右),湿样(1.0g 左右),饮料等其他液体样品 (1.0-2.0g 左右),然后将其放入 50mL 消化管中,加混酸 15mL 左右,过夜。次日,将消化管放入消化炉中,消化开始时可将温度调低(约 130℃左右),然后逐步将温度调高(最终调至 200℃左右)进行消化,一直消化到样品冒白烟并使之变成无色或黄绿色为止。若样品未消化好可再加几毫升混酸,直到消化完全。消化完后,待凉,再加 5mL 去离子水,继续加热,直到消化管中的液体约剩 2mL 左右,取下,放凉,然后转移至 10mL 试管中,再用去离子水冲洗消化管 2-3 次,并最终定容至 10mL。

样品进行消化时,应同时进行空白消化。

5.3 测定：将标准储备液分别配置成不同浓度系列的标准稀释液，以供上机使用。其溶液可放置 4℃冰箱保存。

上海洪纪仪器设备有限公司

不同浓度系列标准稀释液的配制

元素	储备液浓度 $\mu\text{g/mL}$	吸取量 mL	稀释体积 mL	标准系列浓度 $\mu\text{g/mL}$	稀释用溶液
Fe	100	0.5	100	0.5	0.5mol/L 硝酸溶液
		2.0		2.0	
		4.0		4.0	
Cu	100	0.2	100	0.2	
		0.3		0.3	
		0.4		0.4	
Mn	100	0.5	100	0.5	
		2.0		2.0	
		3.0		3.0	
Mg	50	0.1	50	0.1	
		0.3		0.3	
		0.4		0.4	
Zn	100	0.2	100	0.2	稀释用溶液
		0.4		0.4	1%
		1.0		1.0	盐酸溶液

实验条件：测定铁、铜、锰、镁、锌元素的波长分别为 248.3nm、324.8nm、279.5nm、285.2nm 和 213.9nm，仪器狭缝分别为 0.2nm、0.5nm、0.2nm、0.5nm 和 1.0nm，灯位置、灯电流等均按仪器使用说明调制至最佳状态，然后点火准备测定。首先，应以各标准系列溶液绘制标准曲线，然后逐一测定空白及样品。

上海洪纪仪器设备有限公司

6. 计算

根据仪器测定出的数据，代入公式进行计算。

$$X \text{ (mg/100g)} = \frac{(c-c_0) \times V \times f \times 100}{m \times 1000}$$

式中：

c----测定样品中元素的浓度 mg/L

c₀---空白值

V----样品定溶体积 mL

f-----稀释倍数

m----取样量（固体重量为 g，液体为 mL）

以上元素最低检出限分别为铁 0.2 μg/mL，锰 0.1 μg/mL，铜 0.0016 μg/mL，锌 0.4 μg/mL，镁 0.05 μg/mL。

7. 注意事项

样品处理要防止污染，所用器皿均应使用塑料或玻璃制品，使用的试管及器皿均应在使用前泡酸，并用去离子水冲洗干净，干燥后使用。样品消化时注意酸不要烧干，以免发生危险。

以上方法适用于其元素的含量在 1ppm 浓度以上的样品。