

几种常见蔬菜中钙、铁、锌含量测定

刘小丽

(鹤壁市农产品检验检测中心, 河南 鹤壁 458030)

摘要: 采用微波消解提取-火焰原子吸收光谱法测定几种常见蔬菜中钙、铁、锌含量。通过实验发现西兰花、包菜中钙、铁、锌含量较高。钙在 0~15mg/L 范围内线性关系良好, 相关系数为 $y=0.0279x-0.0017$, 平均回收率为 95.75~103.62%, RSD 值为 2.93%。铁在 0~6.00mg/L 范围内线性关系良好, 相关系数为 $y=0.0328x-0.0029$, 平均回收率为 97.21~104.51%, RSD 为 1.42%。锌在 0~1.00mg/L 范围内线性关系良好, 相关系数为 $y=0.0413x-0.0052$, 平均回收率为 96.37~105.43%, RSD 为 2.43%。微波消解提取-火焰原子吸收光谱法可以准确测定蔬菜中钙、铁、锌含量, 西兰花、菠菜等合理搭配, 可以作为日常食补钙、铁、锌来源。

关键词: 微波消解提取-火焰原子吸收光谱法 蔬菜 钙、铁、锌含量

钙、铁、锌是人体中的重要元素之一, 参与整个生长、发育过程。婴儿, 儿童, 妊娠期的妇女及哺乳期的母亲都需要大量的钙、铁、锌。本实验采用微波消解提取-火焰原子吸收光谱法测定几种常见蔬菜中钙、铁、锌含量, 为日常选用蔬菜补充, 提供一定参考。

1 实验部分

1.1 材料及试剂

材料: 大白菜、西兰花、包菜、胡萝卜、菠菜、白萝卜、茄子浆状样品。

试剂: 盐酸(优级纯)、硝酸(优级纯)、高氯酸(优级纯), 氧化镧(优级纯), 实验用水为 GB/T6682 规定的二级水。1000mg/L 钙、铁、锌标准贮备液。

1.2 实验仪器

仪器: PinAAcle 900T 型原子吸收光谱仪(配火焰原子化器、钙空心阴极灯、铁空心阴极灯、锌空心阴极灯); 分析天平(0.100g); 微波消解系统(配聚四氟乙烯消解内罐); 可调式电热炉板; 其他玻璃器皿等。

1.3 仪器工作条件

火焰原子吸收光谱仪主要工作条件: 狭缝 1.3nm、灯电流 5~15mA、燃烧头高度 3mm、空气流量 9L/min、乙炔流量 2L/min。

1.4 标准溶液配制

吸取适量单元素标准贮备液或多元素混合标准贮备液，用硝酸溶液(5+95)逐级稀释配成混合标准工作溶液系列。钙容易形成难原子化的干扰化合物，故配制钙标准溶液时在各容量瓶中加入5 mL 镧溶液(20g/L)消除干扰物的生成。实验发现当钙浓度达到15mg/L时吸光度已经明显偏低，钙的吸收已经不完全，所以用原子吸收分光光度法测钙时，应使钙浓度小于15mg/L，故配制了钙0~15mg/L范围、铁0~6.00mg/L范围、锌0~1.00mg/L范围浓度系列混合标准工作溶液。

1.5 供测试样品制备

1) 微波消解法样品制备

准确称取0.500g样品于微波消解罐中，加入5 mL 硝酸，按照微波消解的操作步骤消解试样，消解条件：120°C升温5min，恒温2min；160°C升温4min，恒温5min；180°C升温4min，恒温30min。冷却后取出消解罐，在电热板上于140°C~160°C赶酸至1mL左右。消解罐放冷后，将消化液转移至25mL容量瓶中，用少量水洗涤消解罐3次，合并洗涤液于容量瓶中并用水定容至刻度。洗涤消解罐过程中加入一定体积镧溶液(20g/L)使其在最终稀释液中的浓度为1g/L，混匀备用，此为试样待测液。同时做试剂空白试验。

2) 精密度实验

取同一供试品溶液，连续测定6次，记录吸光度，测定结果的RSD。

3) 重现性实验

取同一供试品6份，按样品制备方法制备6份供试品溶液，分别测定其吸光度，计算其钙含量。

4) 加标回收率实验

精密移取同一供试品5份，各约0.500g，分别加入一定量的钙标准溶液，制备加标回收供测试样品，测定其吸光度并计算回收率。

5) 数据处理

实验数据重复测定3次，取其平均值，计算样品中钙含量。

2 结果与讨论

2.1 校准曲线绘制

将混合标准系列溶液按浓度由低到高的顺序依次导入火焰原子化器，测定吸光度值，以混合标准系列溶液中钙、铁、锌的质量浓度为横坐标，相应的吸光度值为纵坐标，绘制校准

曲线。钙回归方程为 $y=0.0279x-0.0017$ ，线性范围 $0 \sim 15.00\text{mg/L}$ ；铁回归方程为 $y=0.0328x-0.0029$ ，线性范围 $0 \sim 6.00\text{mg/L}$ ；锌回归方程为 $y=0.0413x-0.0052$ ，线性范围 $0 \sim 1.00\text{mg/L}$ 。线性关系非常好，符合《实验室质量控制规范 食品理化检测》(GB/T 27404-2008) 标准要求。

2.2 样品分析

分别精密称取 0.500g 不同供试样品,制备供试品溶液，将制备好的样品空白溶液及供试品溶液导入火焰原子化器，测定其吸光度并计算样品中钙含量。结果见表 1 所示。

表 1 几种常见蔬菜中钙、铁、锌含量

序号	样品	样品中钙的浓度(mg/100g)	样品中铁的浓度(mg/100g)	样品中锌的浓度(mg/100g)
1	大白菜	40.825	0.389	0.267
2	西兰花	51.537	0.443	0.216
3	包菜	19.274	0.224	0.157
4	胡萝卜	25.173	0.274	0.167
5	菠菜	22.147	0.919	0.623
6	白萝卜	20.924	0.287	0.178
7	茄子	14.014	0.258	0.201

由表 3 可以看出，西兰花、大白菜的钙含量最高，是包菜、胡萝卜、菠菜、白萝卜的 2 倍，茄子的 3 倍左右。

菠菜的铁含量最高，是西兰花的 2 倍，包菜、胡萝卜、菠菜、白萝卜、茄子的 3 倍左右。

菠菜的锌含量最高，是大白菜 2 倍，西兰花、包菜、胡萝卜、白萝卜、茄子的 3 倍左右。

2.3 精密度、重现性实验

精密度、重现性实验选用的是包菜样品测定钙含量。

精密度实验测得吸光度分别为 0.1014、0.1027、0.1031、0.1022、0.1024、0.1108，测定结果的 RSD 值为 3.66%，精密度高，此方法测定能达到满意效果。

重现性实验测得钙含量分别为 18.230、18.683、19.864、19.589、19.327、18.741mg/100g，测定结果的 RSD 值为 3.26%，重现性好。

2.4 加标回收率实验

表2 加标回收率实验结果

序号	样品钙质量浓度 ($\mu\text{g/ml}$)	加 标 量 ($\mu\text{g/ml}$)	回收量($\mu\text{g/ml}$)	回 收 率 (%)	RSD 值 (%)
1	3.720	2.00	5.616	98.18	
2	3.796	2.00	5.851	100.95	
3	4.075	2.00	6.224	102.45	
4	3.982	2.00	5.728	95.75	2.93
5	3.921	2.00	6.029	101.82	
6	3.817	2.00	6.028	103.62	

精密移取同一供试品5份，各约0.500g，分别加入一定量的钙标准溶液，制备加标回收供测试样品，测定其吸光度并计算回收率。由表2可见钙的加标回收率为95.75~103.62%，RSD值为2.93%，加标回收效果好。

3 结论

本实验采用微波消解提取-火焰原子吸收光谱法测定几种常见蔬菜中钙、铁、锌含量，方法精密度高、重现性好，加标回收效果好，操作快速简洁等优点，可测定蔬菜中钙、铁、锌含量。西兰花、大白菜含钙量较高、菠菜的铁、锌含量丰富，根据各蔬菜中元素含量和个人饮食习惯，合理搭配，可以作为日常食补依据。

参考文献:

- [1] 张起凯,姚冬梅,刘立行,等.火焰原子吸收光谱法快速测定黄瓜中的钙和锌[J].分析仪器,2006(2):31-34.
- [2] 蔡广知,沈晓君,孙全乐,等.几种常见菜籽中钙的含量即溶出度测定[J].食品科学,2010,31(14): 272-274.
- [3] 罗靖锐,王金玲,房明姬,等.油菜中钙离子含量的测定[J].化学教育,2020,41(16):44-48.
- [4] 梁保安,付华峰.无稳定剂悬浮液进样——火焰原子吸收光谱法测定菠菜中的锌、锰、钾、钙[J].化学试剂,2007,29(6):366-368,375.

- [5] 梁保安,付华峰. 悬浮液进样-火焰原子吸收光谱法测定蔬菜中的钾和钙[J]. 信阳师范学院学报(自然科学版),2007,20(3):353-355,359.
- [6] 刘立行,程世刚. 火焰原子发射光谱法快速测定蔬菜中钙钾含量技术[J]. 沈阳农业大学学报,2006,37(4):669-670.
- [7] 刘洋,张晓倩,李梦婷,等. 原子吸收光谱法测定蔬菜中的锌、钙、铜、铅和镉[J]. 食品研究与开发,2015,36(17):52-54. DOI:10.3969/j.issn.1005-6521.2015.17.013.
- [8] 张文霞. 火焰原子吸收光谱法和电感耦合等离子体发射光谱法测定黄酒中氧化钙含量的方法对比研究[J]. 食品安全质量检测学报,2019,10(17):5867-5872.
- [9] 李海潮,韦开卫,王斌,等. 原子吸收法测定31种蔬菜水果中的微量元素含量[J]. 国外医学(医学地理分册),2013,34(3):187-190.

中国仪器仪表学报