

多波长分光光度法测定牛乳中钙和镁

(天津职业大学生物与环境工程学院,天津 300402)

于建忠 何北菁

(天津职业大学理化检测与质量管理专业,天津 300402)

赵鸿蕊

摘要:研究了在 pH12 时,铬天青 S(CAS)-溴化十六烷基三甲铵(CTMAB)-钙和镁显色体系。采用盐酸煮沸分解,净化,借助于 K-矩阵法同时测定了牛乳中钙和镁。结果表明,该方法对牛乳中钙和镁的添加回收率分别为 102.0%~103.3%和 103.3%~110.0%。

关键词:分光光度法,牛乳,钙,镁

Abstract:This paper studied at pH12, chrome azulol S(CAS)-cetyltrimethyl ammonium bromide(CTMAB)-calcium and magnesium system. The milk samples are pretreated with tiny boiling hydrochloric acid for decomposition and purification. Using the K-matrix method to calculate calcium and magnesium. As the result, the adding recovery rate of this method for calcium and magnesium are 102.0%~103.3% and 103.3%~110.0%, respectively, and the relative standard deviation for calcium is 0.2% and 1.1% for magnesium.

Key words:spectrophotometry; milk; calcium; magnesium

中图分类号:TS207.3 文献标识码:A

文章编号:1002-030X(2004)08-0136-02

牛乳中钙、镁通常以酪蛋白复合体、胶态无机体和游离态离子形式存在于乳中^[1],以游离态形式存在的量相对较小。采用分光光度法同时测定钙、镁混合体系的方法早有报道^[2,7-9],但用分光光度法同时测定牛乳中钙、镁含量的报道较少。在一般的样品处理中,牛乳样品的预处理通常要用高温灰化或强酸消化法,前者耗能耗时,后者对环境有一定的污染。本文采用盐酸煮沸分解法,不必彻底分解有机物^[2],并在文献^[2-9]的工作基础上,在 pH12 的缓冲溶液下,钙和镁与铬天青 S(CAS)-溴化十六烷基三甲铵(CTMAB)形成有色配合物^[2],用 K-矩阵法同时测定了牛乳中钙、镁含量,取得了满意的结果。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

Ca²⁺、Mg²⁺标准储备液 浓度为 1mg/mL,用时分别稀释成 10μg/mL;铬天青 S(CAS) 1.5mmol/L;溴

化十六烷基三甲铵(CTMAB) 3mmol/L;NH₃-NH₄Cl 缓冲溶液 pH12;上述试剂均为水溶液,用水为去离子水。

721 分光光度计, pH-3C 酸度计, P-IV 微型电子计算机。

1.2 实验方法

移取适量 Ca²⁺、Mg²⁺标准液于 25mL 比色管中,加入 1.5mmol/L CAS 4mL,3mmol/L CTMAB 3mL、pH12 缓冲溶液 5mL,用水稀释至刻度,摇匀,用 1cm 比色皿,以全试剂空白为参比,分别在 540、550、560、570、580nm 处测量吸光度;在微型电子计算机上利用 MatLab 软件计算钙、镁含量。

2 结果与讨论

2.1 吸收光谱

按实验方法分别测得 Ca-CAS-CTMAB 以及 Mg-CAS-CTMAB 的吸收曲线,见图 1。钙、镁显色配合物的最大吸收波长分别在 570 和 590nm。根据文献^[3]所述原则,本文选择 540、550、560、570、580nm 作为测量波长。

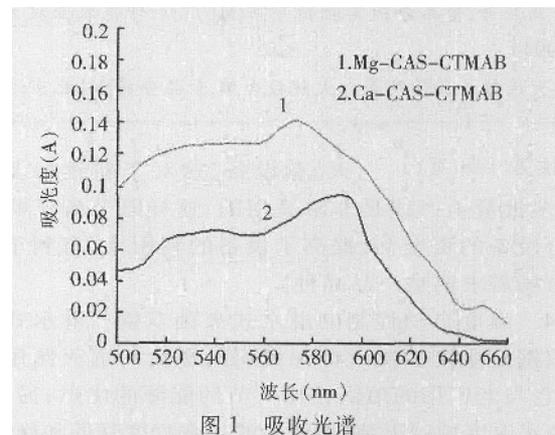


图1 吸收光谱

2.2 实验条件的确定

影响显色体系的主要因素有显色剂 CAS、CTMAB 的用量和显色体系的酸度。在进行初步实验的基础上,对上述三个因素作了 L₉(3⁴)的正交实验。结果经方差分析,得到实验条件为:1.5mmol/L CAS 4mL,3mmol/L CTMAB 3mL,溶液的酸度为 pH12。

收稿日期:2004-01-04

作者简介:于建忠(1957-),副教授,主要从事分析学科的教学与科研工作。

2.3 显色体系的稳定性

在室温下(25℃),显色体系在60~90min内的吸光度变化率小于1%。

2.4 K-标准测量矩阵的检验

按所测定样品中钙、镁含量的浓度范围,配制5个不同浓度比的混合标准溶液,按照实验方法测量混合体系的吸光度。先求出K矩阵,然后配制适量的人工合成试样对所建立的K矩阵进行检验,检验结果见表1。

表1 利用人工合成试样对K矩阵的检验

样品号	实际值(μg)		测定值(μg)		相对误差(%)	
	Ca	Mg	Ca	Mg	Ca	Mg
1	10	4.0	9.7	4.2	-3.0	5.0
2	20	5.0	19.4	5.3	-3.0	6.0
3	25	6.0	24.3	6.3	-2.8	5.0
4	30	7.0	29.2	7.4	-2.7	5.7

3 样品分析

3.1 测定方法

用移液管移取牛乳样品10mL于150mL锥形瓶中,加入1mol/L盐酸5mL,瓶口加放小漏斗,在调温电热板上煮沸20min,稍冷,用蒸馏水约30mL冲洗瓶壁,再于电热板上煮沸10~15min,稍冷,用定性滤纸过滤并用少许0.1mol/L盐酸洗涤锥形瓶和滤渣三次。收集滤液于50mL容量瓶中,用蒸馏水定容,摇匀。用移液管移取2~5mL,按前述实验方法显色并测量吸光度。

3.2 样品的分析结果与精密度

按测定方法平行取7份同一品牌的袋装牛乳进行处理,显色,测得结果见表2。

3.3 分析方法的准确度

在同一奶样中(样品的平均本底值为 $x_{Ca}=0.640\text{mg/mL}$; $x_{Mg}=0.0188\text{mg/mL}$)分别加入7份不同含量的钙、镁标准溶液,按测定方法处理样品并显色,测定回收率,结果见表3。

由表2和表3的测定结果表明,该方法能较好

表2 样品的分析结果与精密度

被测组分	测定值(mg/L)	平均值(mg/L)	相对标准偏差(%)
Ca	639.3,641.0,637.0,639.2 641.6,639.1,639.7	639.6	0.2
Mg	18.8,18.9,18.7,18.5 18.9,19.0,19.1	18.8	1.1

表3 分析方法的准确度

样品号	加标量(mg/mL)		测得量(mg/mL)		回收率(%)	
	Ca	Mg	Ca	Mg	Ca	Mg
1	0.10	0.004	0.742	0.0232	102.0	110.0
2	0.16	0.006	0.804	0.0250	102.5	103.3
3	0.20	0.008	0.844	0.0272	102.0	105.0
4	0.30	0.010	0.950	0.0294	103.3	106.0
5	0.40	0.012	1.050	0.0314	102.5	105.0
6	0.50	0.014	1.152	0.0336	102.4	105.7
7	0.60	0.016	1.254	0.0358	102.3	106.3

地对牛乳中钙、镁含量进行测定。

参考文献:

- [1] 郭本恒.乳品化学[M].北京:中国轻工业出版社,2001.332.
- [2] 任建敏,杨明莉,魏泽英.分析化学[J].1998,26(10).
- [3] 李峰,周芝芹.双波长分光光度法同时测定环境水样中钙和镁[J].光谱实验室,2001,18(2):278.
- [4] 匡军.二甲酚橙-溴化十六烷基三甲胺分光光度法测定钙和镁[J].分析化学,1984,12(8):736.
- [5] 何承顺,周清,范晖.盐酸煮沸提取原子吸收法测定乳和乳制品中矿物质元素[J].光谱学与光谱分析,1999,19(6):868.
- [6] 董慧茹,朱洪波,王春娟,姜美玉.分光光度法同时测定钙、镁、铁的研究[J].分析化学,1991,19(4):747.
- [7] 王保宁.分光光度法同时测定无机多组份体系[J].分析化学,1984,12(3):229.
- [8] 徐庆林,顾锡元,王勇.钛黄法测定乳中镁与钙方法的改进[J].中国牛乳,2002(2):48.
- [9] 赵瑞林,詹利民,王大平,宋泽山.邻-甲酚酞络合酮吸光度法连续测定血清中钙和镁[J].理化检验-化学分册,1999,35(2):59.

(上接第127页) 0.006Pa·s,与同样条件处理的高甲氧基果胶的粘度0.007Pa·s相差不大。所产生的粘度略有降低,主要是由于果胶酶类中除果胶甲酯酶外还含有其它水解酶及裂解酶类,下一步将进行果胶酯酶的纯化研究。

参考文献:

- [1] 杨洁彬,等.食品微生物学[M].北京:北京农业大学出版社,1995.

- [2] 张树政.酶制剂工业[M].北京:科学出版社,1989.
- [3] 阮少江.爱玉果实果胶酯酶的特性[J].宁德师专学报(自然科学版),2002,14(4):314~317.
- [4] 黄文涛,胡学智译.酶应用手册[M].上海:上海科学技术出版社,1989.
- [5] 郝林.食品微生物学实验技术[M].北京:中国农业出版社,2001.
- [6] S.Ishii, K.Kiho, S.Sugiyama, H.Sugimoto.Low-methoxyl pectin prepared by pectinesterase from *Aspergillus japonicus* [J]. Food Science,1980,44(2):611~614.
- [7] 宁正祥.食品成分分析手册[M].北京:中国轻工业出版社,1997.