原子吸收法测定牛奶中的乳酸*

马鸿飞　王　伟　孙为德
(盐城工学院化学工程系,盐城,224003)

摘　要　研究了原子吸收法测定牛奶中的游离乳酸。在弱碱性溶液中乳酸与$Cu_3(PO_4)_2$悬浮液作用,置换出$Cu_3(PO_4)_2$中的Cu,形成更稳定的乳酸铜,离心沉降未反应的$Cu_3(PO_4)_2$,用原子吸收法测定上层清液里乳酸铜中的铜,根据铜能与乳酸定量形成配合物,可间接求得乳酸的含量。对牛奶样品中乳酸的测定结果相对标准偏差小于1.4%,回收率在95%～98%之间。

关键词　原子吸收法　乳酸　$Cu_3(PO_4)_2$悬浮液
分类号　TS201

引　言

乳酸,学名为2—羟基丙酸。在使用发酵方法生产的食品以及添加防腐剂、酸味剂的食品中,由于乳酸菌的作用,均含有一定量的乳酸。食品中乳酸含量的高低对其质量及风味具有相当大的影响,因此,食品中乳酸含量的测定就具有了实际意义。目前,乳酸的测定方法有气相色谱法、高效液相色谱法、分光光度法和酶电极法等。原子吸收法与上述方法比较,简便快速、结果可靠、检出限低。本法使用$Cu_3(PO_4)_2$悬浮液同乳酸作用,乳酸同$Cu_3(PO_4)_2$中的Cu配合,释放出PO_4^{3-},然后离心沉降未反应的$Cu_3(PO_4)_2$,用原子吸收法测定溶液中的Cu,可间接测定乳酸。

1　实验部分

1.1　主要仪器及测定条件

原子吸收分光光度计(3200型) 上海分析仪器厂
铜空心阴极灯 上海分析仪器厂
离心沉淀器(800型) 上海手术器械十厂

本实验使用3200型原子吸收分光光度计,其工作条件如表1所示(其它型号的仪器另行选择)。

表1　测定铜的仪器条件

	灯电流 mA	波长 nm	狭缝宽度 mm	乙炔流量 L/min	空气流量 L/min	标尺扩展
铜	8	324.7	0.2	0.9	5.0	×2

1.2　标准溶液的配制

铜标准溶液($1.000g \cdot L^{-1}$)　准确称取1.000g高纯铜粉于100mL小烧杯中,用1:1硝酸加热溶解,再加10mL高氯酸加热至冒白烟,除去HNO_3,冷却后置于1000mL容量瓶中,定

* 收稿日期:1996－11－15

?1994-2014 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.cnki.net

容,摇匀。以此标液逐级稀释为所需工作液。

NH_3-NH_4Cl 缓冲溶液　pH=9.0　　$CuCl_2$水溶液　3%

Na_3PO_4 水溶液　7%　　$Na_2B_4O_7$ 水溶液　2%

$Cu_3(PO_4)_2$ 悬浮液　取 4mL Na_3PO_4(7%)溶液边搅拌边加入 3%的 $CuCl_2$ 溶液 2mL,摇匀后,在 4000 rpm 的转速下离心分离,用倾滗法倾去上层清液,用 6mL $Na_2B_4O_7$(2%)溶液洗涤沉淀两次,加 0.3 克固体 NaCl,用 $Na_2B_4O_7$(2%)溶液将沉淀稀释至 100mL,使用时摇匀。

乳酸标准溶液　100.00μg/mL 由分析纯试剂制配而成,并以国标(GB2302－80)方法进行测定。

所用水均为去离子水。

1.3 实验方法

准确移取 1.0mL 的试样于校正过的离心试管中,加入 1mL$Cu_3(PO_4)_2$ 悬浮液,摇匀,加入 2mL 氨性缓冲溶液,放置一昼夜,用水稀释至 6.00mL,再摇匀,在 4000rpm 的转速下离心分离 1min,将离心后的上层清液移至 25mL 容量瓶中,用少量水与 2mL 氨性缓冲溶液洗涤沉淀后离心,洗涤后的清液也转移至容量瓶中,如此反复洗涤三次。用水稀释至刻度。同时按上述方法做空白试验作参比,以表 1 所示的工作条件用原子吸收法测定定容后的上层清液中的 Cu,得出吸光度。另取标准溶液制作标准曲线,在标准曲线上求出乳酸的含量。

2 结果与讨论

2.1 酸度的影响

用不同 pH 值的缓冲溶液对同一浓度的乳酸标准溶液进行试验,结果表明,pH 大于 7 的溶液中,乳酸与 $Cu_3(PO_4)_2$ 定量发生配位反应,而在 pH 小于 7 的溶液中,$Cu_3(PO_4)_2$ 则会溶解,无法进行定量测定,因此,本方法采用 pH=9 的缓冲介质。

2.2 共存离子的干扰及抑制

对牛奶中可能存在的钾、钙、镁、铁等金属元素做了干扰试验,实验证明,这些共存元素均对测定无影响,如表 2 所示。

此外,50μg 以下的草酸、蔗糖,25μg 以下的维生素 C,10μg 的酒石酸对测定均无干扰,5μg 以上的氨基酸对测定有干扰,可加入亚硝酸钠,加热使其分解而消除干扰。

2.3 放置时间的影响

准确称取 1.0mL 乳酸溶液与 1mL 磷酸铜悬浊液于离心管中,调节 pH 值为 9,分别放置不同时间,离心并洗涤后以表 1 的工作条件测定上层清液的吸光度。结果表明,放置时间为 10h 以上,可得到稳定的结果。

2.4 标准曲线的绘制

准确吸取乳酸标准溶液(100μg/mL)0.20、0.40、0.60、0.80、1.00mL,分别置于校正过的 6mL 离心管中,按 1.3 方法操作,得到标准曲线如图 1。

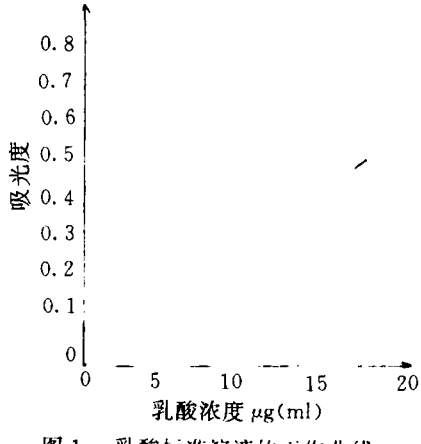

图 1　乳酸标准溶液的工作曲线

?1994-2014 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.cnki.net

2.5 试样分析

取市售瓶装牛奶 1 瓶，充分混匀，移取 10mL 至 100mL 容量瓶中定容，立即取此溶液 1.00mL，于校正过的 6mL 离心管中，按 1.2 方法操作，测定吸光度，从标准曲线上求算出牛奶中乳酸的含量，结果比较如表 3 所示。

2.6 标准回收率试验

在样品中准确加入 100.0μg/mL 的乳酸标准溶液 0.5mL，按 1.2 方法测定吸光度，求算乳酸的含量，计算回收率，如表 4 所示，结果表明，标准回收率在 95～98%之间。

表 2 共存元素的干扰试验

共存元素	钾	钙	镁	铁	锌	铝
干扰量 μg/mL	>100	>20	>20	>20	>15	>10

表 3 样品分析结果

	Ⅰ	Ⅱ	Ⅲ	Ⅳ	Ⅴ
本法测定结果 μg/mL	850	869	843	865	854
平均值 μg/mL	856				
相对标准偏差%	1.4				

表 4 回收率的测定

	Ⅰ	Ⅱ	Ⅲ	Ⅳ	Ⅴ
样品含量 μg	42.3	53.0	37.0	34.3	54.1
标准加入量 μg	50.0	50.0	50.0	50.0	50.0
测得量 μg	89.9	101.1	86.0	82.2	102.2
回收率 %	95.2	96.2	98.0	95.8	96.2

参考文献

1 胡家元. 分析测试通报. 1992 11(5) 88～90

2 Figenschou D.L. ;Marais J.P. Anal. Biochem. 1991 195(2) 308～302

3 任一平等. 食品与发酵工业. 1991(5) 41～44

4 Palleschi G. ;Turner A.P.F. Anal. Chim. Acta. 1990. 234(2) 459～463

5 黄卓辉等. 新疆大学学报. 1990. 7(3) 67～70

(上接第 44 页)

参考文献

1 V. V. Ilyukhin, N. N. Nersky, M. G. Bickbav: Crystal Strueture of Alinifg, Nature, 269(1997), P397～398

2 F. V. Lampe etc: Synthesis, structure and Thermal Decomposition of Alinite, Cem, Coner, Res, 1986, Vol. 16, P505～510

3 F. V. Lampe. Silikattechnik 6. 194. 1988

4 J. Neubauer and H. Pollman, Alinite—Chemical Composition. Sold Solution and Hyolration Beomide Alinite, Cem. Concr. Res, Vol, 24, 1944. P1413～1422

5 W. Kurdowski. Bromide Alinite, Cem. Concr. Res, Vol. 17, 1987. P361～367

6 A. I. Botkova, etc, Hydration Aelivity of Chlorine—Containing Pheses, Sth, Znt, Congr, Chem. Vol. 2. 1, 1986, P127～276

7 F. W. Locher. Low Energy Cliniker Formation, 8th, int, Congr, Chem, Cem(Brasil), Aiinite, Cem, Concr, Res, Vol. 17, 1987. P361～364

8 王祝然. 阿利尼特及混凝土. 水泥. 22. 9. 1989

9 陈明源等. 氯化钙的矿化作用及其机理，第四届水泥学术会议论文集. 中国建材工业出版社. 1992. P64～67

?1994-2014 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net