

微波消解-端视 ICP-AES 法测定食用明胶中铅、铬和砷

鲁 丹

(浙江出入境检验检疫局技术中心, 浙江 杭州, 310012)

摘 要 建立了同时测定食用明胶中铅、铬和砷的新方法。试样经微波消解后用端视电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法同时测定。对仪器的工作参数进行了优化和选择。铅、铬和砷的检出限分别为 0.002, 0.000 8, 0.004 mg/L; 定量限分别为 0.066, 0.026, 0.13 mg/kg。相对标准偏差为 0.89% ~ 2.71%, 回收率为 94.0% ~ 106.0%。该法操作简便、快速, 结果准确, 适用于食用明胶中铅、铬和砷的快速测定。

关键词 微波消解, 端视 ICP-AES, 食用明胶, 铅, 铬, 砷

食用明胶是一种重要的食品添加剂, 被广泛地应用于酿酒、干酪、奶制品、肉制品、罐头、香肠、果冻、皮冻、糖果、糕点、冷饮品和餐饮业等各种食品行业的凝胶剂、稳定剂、增稠剂、发泡剂、膨化剂、乳化剂、分散剂、澄清剂等。但其中的铅、铬、砷等有害元素含量水平直接影响到食用明胶的质量, 因而食品添加剂明胶国家标准 GB 6783—1994^[1] 对其中铅、铬、砷限量作了严格规定^[1], 但测定方法^[1] 过于陈旧: 样品经干法灰化后, 铅用限量比色法, 铬用二苯碳酰二肼比色法, 砷用砷斑法分别测定, 灵敏度低、操作烦琐费时。

微波消解具有消解速度快、氧化剂用量少、待测元素无挥发损失、无污染、空白值低等优点^[2]。电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES 法)具有可同时测定多种元素、分析速度快、线性范围宽; 而水平置炬、端视 ICP-AES 技术, 更使仪器增加了取样信号量, 减少背景干扰, 提高了测定结果的灵敏度、精密度和准确度^[4,5]。本文建立了微波消解-端视电感耦合等离子体原子发射光谱法同时测定食用明胶中的铅、铬、砷, 方法简便、快速、灵敏、准确。

1 试验部分

1.1 仪器与试剂

全谱直读电感耦合等离子体原子发射光谱仪(美国瓦里安公司 Vista PRO 型), 配 40MHz 自激射频发生器, CCD 检测器, 玻璃同心雾化器, 旋流雾化室, 水平等离子炬, 蠕动进样泵。微波消解仪(意大利 MILESTONE 公司 mls 1200 mega 型)。

铅、铬和砷标准储备液: 均 1 000 mg/L(国家标

准物质中心), 临用前用硝酸(1+99)逐级稀释。硝酸、过氧化氢均为优级纯。实验用水为 Milli-Q 超纯水(电导率为 18.2 MΩ · cm)。

1.2 仪器工作条件

1.2.1 微波消解仪工作条件

表 1 微波消解条件

步骤	功率/W	时间/min
1	250	1
2	0	1
3	250	5
4	400	5
5	450	5

1.2.2 ICP-AES 工作条件

表 2 ICP-AES 工作条件

项目	工作条件
RF 发射功率/kW	1.20
等离子气流量/L · min ⁻¹	15.0
辅助气流量/L · min ⁻¹	1.50
雾化气流量/L · min ⁻¹	0.70
分析波长/nm	铅 220.353, 铬 267.716, 砷 188.980
积分时间/s	6
清洗时间/s	10
进样延时/s	15
读数次数/次	3
扣除背景方式	Fitted
蠕动泵转速/r · min ⁻¹	15

1.3 试验方法

称取试样 1.0 g(精确到 0.000 1 g), 置于 100 mL 微波消解罐中, 加入 5 mL HNO₃、1 mL H₂O₂, 轻轻摇匀, 盖紧消解罐上盖。同时作试剂空白。然后放入微波消解装置中, 按表 1 进行微波消解, 至消解液呈无色或淡黄色。冷却, 置电热板上赶酸, 直至消解液挥发至约 1 mL, 用水转移至 10 mL 容量瓶中, 定容

第一作者: 学士, 副主任技师。

收稿日期: 2008-01-22, 改回日期: 2008-08-12

至刻度,摇匀,用 ICP-AES 进行测定。

2 结果与讨论

2.1 微波消解条件的选择

2.1.1 消解功率和时间的选择

消解功率和时间是微波消解很重要的参数。考察了消解功率和时间对消解效果的影响。结果表明消解功率过低,样品难以消解完全;功率过高,易引起反应过于激烈而泄露。试验采用梯度加压消解程序,可得到良好的消解效果。

2.1.2 酸体系及用量的选择

酸体系也是微波消解中非常重要的因素。根据不同酸对微波吸收效率的不同^[3]选择硝酸-过氧化氢为消化的酸体系。试验结果表明,选择 5mL 硝酸和 1mL 过氧化氢消解效果较好。

2.2 ICP-AES 测定条件选择

2.2.1 RF 发射功率选择

考察了 RF 发射功率在 0.90,1.00,1.10,1.15,1.20,1.25,1.30 kW 时对铅、铬、砷发射净强度和信背比的影响。结果表明,被测元素的发射净强度随着发射功率的增加而增大,但信背比随着发射功率的增加而下降,综合考虑发射净强度、信背比及功率增大对仪器寿命的影响,选择 RF 发射功率为 1.20 kW。

2.2.2 雾化气流量选择

雾化气流量大小直接影响雾化效率,进而影响各元素的检出限。考察了雾化气流量在 0.55、0.60、

0.65、0.70、0.75 L/min 时对铅、铬、砷发射净强度和信背比的影响。结果表明,被测元素的发射净强度和信背比随着雾化气流量的增大先增大,后又减小,在 0.70 L/min⁻¹ 时最大,故选择雾化气流量为 0.70 L/min。

2.2.3 分析线的选择

利用仪器上显示的谱线干扰中被测元素谱线的强度及存在的干扰线进行筛选,用待测元素的混合标准和单一标准进行扫描对比,选择灵敏、信背比高、检出限低、共存元素谱线干扰少的谱线为待测元素分析谱线。考察了各待测元素的多条灵敏线,综合比较后,选择铅、铬和砷的分析线分别为 220.353 nm、267.716 nm、188.980 nm。

2.3 酸度的影响

试验结果表明,ICP-AES 测定金属元素时酸浓度在 10% 以内,各待测元素的测定值稳定,对仪器使用无影响。因此,样品消解后多余的硝酸于电热板上按 1.3 赶酸即可。

2.4 线性关系、检出限和定量限

精确吸取标准储备液,用(1+99)硝酸逐级稀释至含铅、铬和砷均 0,0.025,0.050,0.10,0.50,1.0 mg/L 的混合标准溶液。测得各待测元素的发射净强度,计算机自动绘制工作曲线,并计算回归方程及相关系数 r 值,见表 3。测定 11 份空白溶液,按 IU-PAC 规定计算,得铅、铬、砷的检出限和定量限,见表 3。

表 3 线性方程、检出限和定量限

元素	线性范围/ $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$	线性方程	相关系数 r	检出限/ $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$	定量限/ $\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$
Pb	0.010~2.0	$I_f = 4463.2c + 34.7$	0.999 8	0.002	0.066
Cr	0.005~2.0	$I_f = 53891.2c + 82.3$	0.999 6	0.000 8	0.026
As	0.020~2.0	$I_f = 912.3c + 25.1$	0.999 3	0.004	0.13

注: I_f 为发射净强度,单位为 c/s ; c 为待测元素浓度,单位: mg/L

2.5 方法的精密度和加标回收试验

按试验方法对 3 个不同试样分别平行测定 6 份,

并在试样中加入铅、铬、砷标准溶液,进行加标回收试验,结果如表 4 所示。

表 4 精密度和加标回收试验($n=6$)

试样	元素	本底值/ $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$	加标量/ $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$	测得量/ $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$	回收率/%	RSD/%
1#	Pb	0.101	0.100	0.206	105.0	0.89
	Cr	0.056	0.050	0.108	104.0	1.55
	As	0.045	0.050	0.092	94.0	2.71
2#	Pb	0.076	0.100	0.179	103.0	1.32
	Cr	0.117	0.100	0.213	96.0	1.96
	As	0.029	0.050	0.082	106.0	2.02
3#	Pb	0.044	0.050	0.093	98.0	1.60
	Cr	0.163	0.200	0.360	98.5	0.97
	As	0.039	0.050	0.091	104.0	1.45

2.6 方法比对

精确称取试样 2.5g 各 6 份,按 GB/T 5009.12—2003 测铅、GB/T 5009.11—2003 测砷,GB/T 5009.123—2003 测铬,铅、砷和铬含量分别为 0.80 mg/kg, 0.43 mg/kg, 1.39 mg/kg;按本法测定,铅、砷和铬含量分别为 0.81 mg/kg, 0.42 mg/kg, 1.41 mg/kg。两法测定的铅、砷和铬结果经 *t* 检验无显著性差异。

2.7 样品测定

按试验方法对 10 份明胶进行测定,铅含量为 0.23~1.1 mg/kg,铬含量为 0.51~1.8 mg/kg,砷含量为 0.27~0.46 mg/kg。

3 结论

样品经微波消解处理后,以端视 ICP-AES 法实

现了食用明胶中铅、铬和砷的同时测定。本法操作简便快速、结果准确、检出限低、灵敏度高、重现性好。

参 考 文 献

- 1 GB 6783—1994. 食品添加剂明胶[S]
- 2 鲁丹,李海海. 微波消解-氢化物发生原子吸收光谱法测定食物中的汞[J]. 光谱学与光谱分析,1999,19(3):394~396
- 3 刘华. 微波消解技术在分析食品中微量元素方面的应用. 中国卫生检验杂志[J],2001,11(4):406~408
- 4 Montaser A, Golightly D W, 陈隆慈,等译. 感耦等离子体在原子光谱分析法中的应用[M]. 北京:人民卫生出版社,1992:477~479
- 5 辛仁轩. 等离子体发射光谱分析[M]. 北京:化学工业出版社,2005.225~229

Determination of Pb, Cr and As in Edible Glutin by Microwave Digestion - Axial View ICP-AES

Lu Dan

(Technic Centre of Zhejiang Entry-Exit Inspection and Quarantine Administration, Hangzhou 310012, China)

ABSTRACT A new method for the simultaneous determination of Pb, Cr, and As in edible glutin was established. Samples were digested with microwave and determined by axial view ICP-AES. The plasma parameters were optimized and selected. The detection limits of Pb, Cr and As were 0.002, 0.000 8 and 0.004 mg/L. The LOQ was 0.066, 0.026 and 0.13 mg/kg. The relative standard deviations was 0.89%~2.71%. The recovery was 94.0%~106.0%. The method was simple, rapid, accurate and suitable for determination of Pb, Cr and As in edible glutin.

Key words microwave digestion, axial view ICP-AES, edible glutin, Pb, Cr, As

市场动态

帝斯曼营养产品部推出婴儿营养新产品 ω -3 粉剂

帝斯曼营养产品部新近推出了用于母婴营养最理想的 ω -3 鱼油粉。这种新的 ROPUFA '10'n-3INFS/SD 粉剂所含 DHA(二十二碳六烯酸)和 EPA(二十碳五烯酸)达到了婴儿配方奶所需的完美平衡。该产品无臭无味,完全满足婴儿营养食品行业设立的高标准要求。

全新的 ROPUFA '10'n-3INFS/SD 粉剂很容易分散到水中,不会产生沉淀,且容易被胃液酶分解。ROPUFA '10'n-3INFS/SD 粉剂的这些特性使其成为一种令人瞩目的解决方案:既可为婴儿配方食品提供营养平衡的必需 ω -3,又不会对婴儿的消化产生不利影响。

部分 ω -3 类产品的一个共性问题是存在鱼腥味,这通常是由于鱼和海藻来源的 ω -3 油被氧化所致。经过多年的研究和试验,ROPUFA '10'n-3INFS/SD 粉剂已经相当先进,可以完全避免氧气吸收,保护其中的 DHA 不被氧化。因此,它是迄今为止市场上最稳定的产品剂型,并且没有味道。

“ROPUFA '10'n-3INFS/SD 粉剂显著提高了客户在购买微量营养素时的期望值。该粉剂没有采用酶法或化学方法改变鱼油(这是生产粉剂的基础成分)的分子结构,因此产品仍然是天然的,与其来源一致。这样就确保最大程度地发挥其营养功效。”