

分光光度法与 ICP - MS 法测定 面制品中铝含量

孙 宁

(华测检测集团上海分公司,上海 200136)

摘要:铝是一种具有毒性的金属元素,通过食物进入体内后,会影响人体的健康,过量摄入会导致疾病的发生。食品中经常检测出含铝的食品添加剂,目前国家标准中检测面制品中铝含量的方法为分光光度法。分别采用国标分光光度法和 ICP - MS 法测定面制品中铝含量,并比较两种方法的检出限、准确度以及回收率。结果表明,两种方法具有良好的相关性,准确度和回收率都比较高,在统计学上无显著性差异。但分光光度法操作繁琐,试剂消耗大;ICP - MS 法试剂用量少,检出限低,稳定性好,检测效率高,是值得推广应用的一种检测方法。

关键词:分光光度法;ICP - MS 法;面制品;铝含量

中图分类号:TS 210.7 **文献标识码:**A **文章编号:**1007 - 7561 (2017)01 - 0051 - 03

Determination of aluminum content in flour products by spectrophotometry and ICP - MS

SUN Ning

(Centre testing International, Shanghai 200136)

Abstract: Aluminum is a kind of metal elements with low toxicity, which can enter into human body with food. Excessive intake will lead to illness. The food additives containing aluminum were frequently detected in foods. At present, spectrophotometry is recommended as a method for detection of aluminum content in flour products in the national standard. The aluminum content in flour products was determined by spectrophotometry and inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP - MS) respectively, to compare their detection limit, accuracy and recovery rate. The results showed that the two methods had relativity with high accuracy and recovery rate, without significant difference in statistics. But the detection by spectrophotometry had the demerit of complex operation and more reagent consumption compared with ICP - MS, which had many advantages such as less amount of reagent consumption, lower detection limit, with good stability and high efficiency, which was worth popularizing and applying in determination of aluminum content in flour products.

Key words: spectrophotometry; ICP - MS; flour products; aluminum content

铝是广泛存在于自然界的金属元素,具有低毒性,但长期摄入铝,会在人体内蓄积,对健康造成缓慢的危害,诱发老年性痴呆,影响儿童脑部思维,干扰体内钙、磷的代谢,造成骨软化症^[1]。食品中铝超标主要与食物种类、加工工艺以及污染源有关。在面制品加工过程中,由于含铝食品添加剂的滥用,使得铝含量超标。随着人们对铝潜

在危害的认识,食品中铝的监测问题已引起了广泛关注。

国标 GB 2760—2014 规定了小麦粉及其制品(除面糊、裹粉、煎炸粉及油炸面制品)生产中不得使用含铝食品添加剂^[2]。目前国标是采用分光光度法测定面制品中铝^[3]。批量抽检的面制品若采用此法,操作繁琐,试剂量消耗大。本实验通过比较 ICP - MS 法和分光光度法测定面制品中的铝含量,旨在建立一种更加快捷、准确的方法用于面制品中铝含量的检测。

收稿日期:2016 - 07 - 08

作者简介:孙宁,1989 年出生,女,硕士。

1 材料与方

1.1 仪器

Lamber25 紫外可见分光光度计:美国珀金埃尔默仪器股份有限公司;7700X 电感耦合等离子体质谱仪:美国安捷伦科技有限公司;MARS5 高压密闭微波消解仪:美国 CEM 公司;XS205DU 分析天平:梅特勒—托利多仪器有限公司。

1.2 原料与试剂

面制品(小麦粉、面包、馒头、包子、麻花):来自于上海市各超市抽检;高氯酸、浓硫酸、硝酸、30% 过氧化氢(均为优级纯):苏州晶瑞化学有限公司;铬天青、溴化十六烷基三甲胺(均为分析纯):上海阿拉丁生化科技股份有限公司;抗坏血酸、盐酸、乙酸、乙酸钠(均为分析纯):上海润捷化学试剂有限公司;铝标准储备液:中国计量科学研究院。

1.3 实验方法

1.3.1 分光光度法测定面制品中铝含量标准曲线的绘制

分别吸取铝标液 0.0、0.5、1.0、2.0、3.0、4.0、6.0 mL(相当于含铝 0、0.5、1.0、2.0、4.0、6.0 μg),依次加入 8 mL 乙酸—乙酸钠缓冲液,10 g/L 抗坏血酸溶液 1 mL,混匀后加入 2.0 mL 0.2 g/L 溴化十六烷基三甲胺溶液,摇匀,再加入 0.5 g/L 铬天青溶液 2 mL,混匀后用水稀释至刻度,静置 20 min 后,于分光光度计 640 nm 波长测定其吸光度,绘制标准曲线比较定量^[3]。

1.3.2 ICP-MS 测定面制品中铝含量的标准曲线绘制

吸取铝标液 0、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00 mL 于 50 mL 容量瓶中,用硝酸定容至刻度。标线浓度为 0、0.200、0.400、0.600、0.800、1.00 mg/L^[4]。调节仪器工作参数如表 1,由测定结果绘制标准曲线。

表 1 仪器工作参数

工作参数	设定值	工作参数	设定值
功率	1500 W	反射功率	<2 W
雾化器	同心雾化器	雾化室温度	2 ℃
辅助气流速	1.00 L/min	冷却气流速	15.0 L/min
测点数	3	采样深度	8.0 mm
载气	1.15 L/min	重复次数	3
积分时间	0.1 s	双电荷(70/140)	<1.0%

1.3.3 样品前处理

分光光度法:称取粉碎试样(混匀)1.000 ~ 2.000 g 于 100 mL 锥形瓶中,分别加入高氯酸 3 mL、浓硫酸 3 mL、硝酸溶液 6 mL,置于电炉上缓慢加热

至消化液呈现白色烟雾,澄清透明,冷却后加入 10 ~ 15 mL 水,加热煮沸,取下冷却后定容至 25 mL 备用。同时做试剂加标与空白实验。

ICP-MS 法:称取 0.2 ~ 0.5 g 样品(精确至 0.000 1 g)于微波消解罐中,分别加入硝酸 5 mL,过氧化氢 1 mL,旋紧外盖置于微波消解仪中,按仪器程序(表 2)进行微波消解。待冷却至室温后,打开消解罐,于电热板上(120 ~ 160 ℃)赶酸至 1 mL 左右,用水洗涤消解罐 3 ~ 4 次,合并洗液并定容至 25 mL 容量瓶中,混匀备用。同时做试剂空白实验。

表 2 微波消解程序

步骤	温度/℃	功率/W	时间/min
1	120	1 600	15
2	150	1 600	15
3	190	1 600	40
4	120	1 600	20

1.3.4 分光光度法测定铝含量

准确吸取已消解好的试样 1.0 mL 于 25 mL 比色管中,按照 1.3.1 顺序依次加入乙酸—乙酸钠缓冲液,抗坏血酸溶液、溴化十六烷基三甲胺、铬天青溶液,以空白管调节零点,测定吸光度,根据标准曲线计算出试样中铝的含量。

1.3.5 ICP-MS 测定铝含量

使用自动进样器吸取已消解好的试样,测得样品响应值,代入标准曲线计算出试样中铝的含量。

2 结果与分析

2.1 方法检出限的确定^[5]

图 1、图 2 分别是两方法的曲线,分光光度法曲线的相关系数 r 为 0.999 7,ICP-MS 法曲线的相关系数 r 为 0.999 4,根据 $DL = 3S/K$,对试剂空白分别平行测定 10 次,得到分光光度法检出限为 0.374 mg/kg,ICP-MS 法检出限为 0.033 mg/kg。由此可见,ICP-MS 法测定铝的检出限更低,对于低含量铝的样品,可确保数据的准确性。

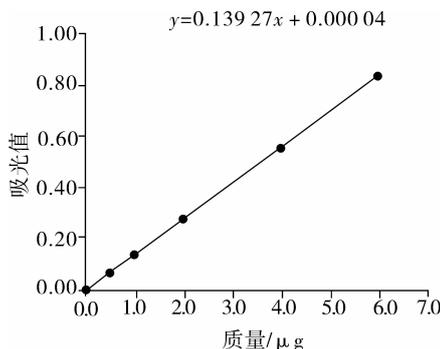


图 1 分光光度法标准曲线

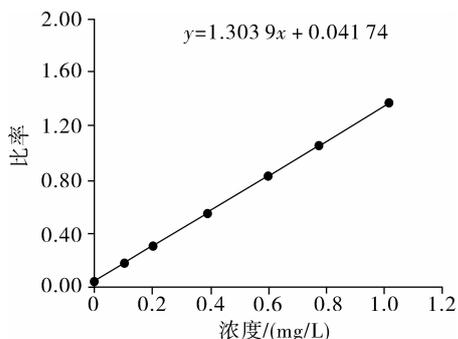


图2 ICP-MS法标准曲线

2.2 精密度实验比较

从五种面制品中抽取一种样品面包分别用两种方法对样品重复进行六次测定,计算其平均值,并计算两种方法的相对标准偏差。实验结果如表2,结果表明,分光光度法测得样品平均值为1.31 mg/kg, RSD为3.80%, ICP-MS法测得样品平均值为1.18 mg/kg, RSD为1.75%,两者RSD均小于7.5%, ICP-MS法精密度比分光光度法高。

表2 精密度实验比较

分光光度法			ICP-MS法			
测定结果/(mg/kg)		RSD/%	测定结果/(mg/kg)		RSD/%	
1.32	1.39	1.24	1.16	1.21	1.18	
3.80			1.20	1.16	1.19	

2.3 准确度实验比较

将购于中国计量科学研究所的铝标准物质溶液1.0 mg/L作为标准参考物质,分别取5 mL使用液用两种方法测定,分光光度法测定值为0.96 mg/L, ICP-MS法测定值为1.03 mg/L,两法测定值偏差均在规定的允许误差范围^[5]。

2.4 样品回收率实验比较

在五种样品抽取三种样品中分别加入适量铝标液,消化后分别用两种方法进行6次平行测定,计算其平均浓度及相对标准偏差以及回收率,结果见表3,结果表明,两方法回收率都较高,但ICP-MS法回收率更高。

表3 回收率实验比较

样品	分光光度法					ICP-MS法				
	样品值/(mg/L)	加标浓度/(mg/L)	测得值/(mg/L)	回收率/%	RSD/%	样品值/(mg/L)	加标浓度/(mg/L)	测得值/(mg/L)	回收率/%	RSD/%
面包	0.0263	1	1.1254	109.9	4.4	0.0322	1	1.0310	99.9	3.6
馒头	0.0728	2	2.2066	106.7	3.9	0.0570	2	2.2780	111.1	1.2
挂面	0.1842	2	2.1213	96.8	1.8	0.1770	2	2.1280	97.6	3.0

2.5 样品分析结果

用两种方法分别测定抽检的五种面制品,计算其铝含量,结果见表4,用SPSS软件通过t检验,得出P>0.05,说明两方法在统计学上无显著性差异。

表4 样品结果分析

样品	分光光度法		ICP-MS法	
	样品值/(mg/kg)	RSD/%	样品值/(mg/kg)	RSD/%
面包	1.31	3.8	1.18	1.75
饼干	4.01	2.2	3.94	2.8
挂面	8.92	4.71	8.57	2.65
面粉	22.47	1.4	21.57	0.92
馒头	2.48	3.3	2.34	1.35

3 结论

本实验利用分光光度法和ICP-MS法测定面制品中铝含量,通过一系列性能参数的比较,两种

方法的线性关系好,相关系数分别为0.9997和0.9994;精密度高,相对标准偏差分别为3.80%和1.75%;准确度高,用两种方法分别测定已知浓度的标准样品,测定值与标准值之间的偏差均在规定范围内;两者回收率在96%以上;常规样品测定值经t检验说明两种方法在统计学上无显著性差异。ICP-MS法与分光光度法相比,在测定面制品中铝含量时更为简单快捷,值得推广与应用。

参考文献:

[1] 盛明纯. 铝对人体健康影响的研究进展综述[J]. 安徽预防医学杂志, 2006, 12(1): 46-48.
 [2] GB 2760—2014, 食品添加剂使用标准[S]. 2014.
 [3] GB/T 5009.182—2003, 面制食品中铝的测定[S]. 2003.
 [4] GB/T 23374—2009, 食品中铝的测定 电感耦合等离子体质谱法[S]. 2009.
 [5] GB/T 2704—2008, 实验室质量控制规范 食品理化检测[S]. 2008.