

原子荧光光谱法测定食品添加剂山梨酸钾中砷含量

邓新煜

(辽宁省食品检验检测院, 沈阳 110015)

摘 要 采用微波消解法处理样品,建立了原子荧光光谱法测定食品添加剂山梨酸钾中砷含量的方法。实验结果表明,方法的检出限为 $3.1 \mu\text{g}/\text{kg}$,砷的质量浓度在 $5 \sim 50 \mu\text{g}/\text{L}$ 范围内,回归方程为: $y = 91.199x - 20.113$, $r = 0.9999$ 。平均回收率为 $84.4\% \sim 96.8\%$,相对标准偏差(RSD)为 2.4% ($n = 6$)。方法线性关系良好,检出限低,准确度高,精密度好,能够快速准确地检测出食品添加剂中砷的含量,满足食品添加剂山梨酸钾检测工作的要求。

关键词 微波消解;食品添加剂山梨酸钾;原子荧光光谱法;砷

中图分类号:O657.31;TH744.16 文献标志码:A 文章编号:2095-1035(2016)04-0008-03

Determination of Arsenic in Food Additive Potassium Sorbate by Atomic Fluorescence Spectrometry

DENG Xinyu

(Liaoning Institute for Food Control, Shenyang, Liaoning 110015, China)

Abstract This article described a method for the determination of arsenic in food additive potassium sorbate by atomic fluorescence spectrometry after the samples were digested by microwave digestion. The detection limit was $3.1 \mu\text{g}/\text{kg}$. When the content of As was in the range of $5 \sim 50 \mu\text{g}/\text{L}$, the regression equation was $y = 91.199x - 20.113$ with the correlation coefficient (r) of 0.9999 . The average recovery was $84.4\% \sim 96.8\%$ with relative standard deviation (RSD, $n = 6$) of 2.4% . This method has good linearity, lower detection limit, high accuracy and good precision. The results show that this work presents a rapid and accurate analytical method for the reliable determination of As, and it can be suit for detecting arsenic in potassium sorbate samples.

Keywords microwave digestion; food additives potassium sorbet; atomic fluorescence spectrometry; As

前言

山梨酸钾是一种白色的粉末或颗粒,稍有臭味,在空气中不稳定,容易氧化着色。主要用作食品防腐剂,能有效地抑制霉菌和酵母菌的活性,从而达到延长食品的保存时间,并保持食品原有的风味。因此山梨酸钾广泛应用于食品、饮料、烟草、农药、化妆品等行业。目前,食品添加剂的安全问题是食品安

全的重要组成部分^[1-2],已引起各国高度重视,金属砷为食品添加剂必检项目。砷具有很强的生物毒性,长期食用可在人体内蓄积引起慢性砷中毒^[3]。传统砷的测定方法存在检测步骤繁琐、耗时较长,试剂种类多而且用量大,灵敏度不高等缺陷,已不能满足当前检测工作的需求。原子荧光光谱法操作简便,检出限低,灵敏度高,干扰因素少,检测费用低,已经广泛应用在食品、中草药及化妆品中铅、砷、汞

收稿日期:2016-03-18 修回日期:2016-05-16

作者简介:邓新煜,女,工程师,主要从事食品理化检验分析研究。E-mail: dxy716@126.com

等的测定^[4-6]。

1 实验部分

1.1 主要仪器

AFS-9700/9730/A 系列原子荧光光度计(北京海光仪器公司); Mars6 高通量密闭微波消解仪(CEM 公司)。

1.2 主要试剂

过氧化氢(30%)、硝酸、盐酸均为优级纯。

硼氢化钠(10 g/L):称取 10.0 g 硼氢化钠,溶于 1 000 mL 氢氧化钠溶液中,混匀。临用现配。

硫脲溶液(50 g/L):称取 50 g 硫脲,溶于 1 000 mL 水中,混匀。

砷标准储备溶液(1 000 μg/mL, GSB04-1714-2004):购自国家有色金属及电子材料分析测试中心。

砷标准溶液(5.0 μg/mL):吸取 1.0 mL 砷标准储备溶液,用去离子水定容至 200 mL,摇匀。

所用试剂除注明纯度外,其它均为分析纯;实验用水均使用去离子水。

1.3 仪器工作条件

灯电流 30 mA,光电倍增管电压 270 V,原子化器高度 8 mm,载气流量 300 mL/min,读数延迟时间 4.0 s,屏蔽气流速 800 mL/min。

1.4 实验方法

1.4.1 微波消解法处理样品

称取 1.0 g(精确至 0.000 1 g)样品于微波消解罐中,用少量水润湿,加入 5 mL 硝酸,3 mL 过氧化氢,微波消解 35 min。消解结束后,将样品罐取出,冷却,打开样品罐将样品转移至 25 mL 容量瓶中,加少量纯水多次洗涤样品罐并将洗涤液移入容量瓶中,加 2.5 mL 硫脲,定容,摇匀,同时做试剂空白实验,放置 30 min 后测定。

1.4.2 标准曲线

分别用移液枪吸取砷标准溶液 0.05、0.1、0.2、0.3、0.5 mL 于 50 mL 容量瓶中,分别加入 5 mL 的抗坏血酸和硫脲混合液(100 g/L),用盐酸(10%)定容至 50 mL,摇匀。此时砷浓度分别为 5.0、10.0、20.0、30.0、50.0 μg/L,临用现配。按所选仪器工作条件测定荧光强度,并绘制工作曲线,结果见表 1。

表 1 砷元素标准曲线
Table 1 Standard calibration curve for arsenic element

项目 Items	1	2	3	4	5	相关系数 Correlation coefficient	线性方程 Linear equation
砷浓度/(μg·L ⁻¹) Arsenic concentration	5.0	10.0	20.0	30.0	50.0	0.999 9	y=91.199x-20.113
响应值 Response values	450.819	877.626	1790.856	2730.233	4537.744		

由表 1 可知,在 0~50.00 μg/L 范围内,对标准系列溶液重复测定,取平均值,得标准曲线回归方程为 $y=91.199x-20.113$,相关系数 $r=0.999\ 9$,说明荧光强度(y)与砷浓度(x)的线性相关性良好。

2 结果与讨论

2.1 微波消解条件的选择

为了降低干扰和对仪器的损害,我们尽量不使用高氯酸、浓硫酸、磷酸等对仪器有腐蚀的酸。但单独使用硝酸消解样品时,消解液颜色比较深,消解不是很完全;当采用过氧化氢和硝酸混合液进行消解时,消解液较清亮,并可大大提高消解效率。因此实验选择过氧化氢和硝酸混合液进行样品消解。

2.2 消解试剂用量的影响

实验证明,对于 1.0 g 左右的样品,硝酸用量为

5 mL、过氧化氢为 3 mL 可使样品消解完全,故实验选择 5 mL 硝酸和 3 mL 过氧化氢作为消解试剂。

2.3 微波消解条件的选择

设置微波消解系统的最佳消解条件(见表 2)。

表 2 微波消解条件
Table 2 Microwave digestion conditions

步骤 Step	1	2	3
温度/℃ Temperature	120	160	180
保持时间/min Keeping time	10	10	15

在所选仪器工作条件下实验,对空白溶液进行 11 次测定,所得结果计算检出限为 3.1 μg/kg,通过对标准溶液(10.0 μg/L)连续 6 次测定得到较好的重现性,相对标准偏差(RSD)为 2.4%,结果

见表 3。

表 3 精密度实验数据

Table 3 Precision tests of the method

称样量/g Sample quantity	定容体积/mL Constant volume	砷浓度/(ng · mL ⁻¹) Arsenic concentration	砷含量/(mg · kg ⁻¹) Arsenic content	RSD/%
0.989 5	25.0	9.855	0.249	2.4
0.903 0	25.0	8.669	0.240	
0.946 7	25.0	8.975	0.237	
1.022 8	25.0	10.023	0.245	
1.016 7	25.0	9.476	0.233	
0.971 1	25.0	9.362	0.241	

2.4 加标回收实验

为评价方法的准确度,对食品添加剂山梨酸钾样品进行了标准加入回收实验,取 9 份样品试液分

别用移液枪加入 0.05、0.10、0.15 mL 砷标准溶液(5.0 μg/mL),加标回收率为 84.4%~96.8%,结果见表 4。

表 4 回收率实验结果

Table 4 Recovery tests of the method

样品编号 Sample number	本底值 Background value	加标量 Addition amount	测定值 Determination value	回收率/% Recovery rate
1	0.38	10.00	9.86	94.8
2	0.35	10.00	9.48	91.3
3	0.36	10.00	9.36	90.0
4	0.39	20.00	17.27	84.4
5	0.39	20.00	19.75	96.8
6	0.37	20.00	18.79	92.1
7	0.38	30.00	27.12	89.1
8	0.37	30.00	27.16	89.3
9	0.35	30.00	27.92	91.9

2.5 样品分析

对食品添加剂山梨酸钾实际样品按照拟定的实验方法进行测定,平均结果为 0.012 mg/kg,测定结果的相对标准偏差(RSD)为 2.8%(n=6)。

3 结语

建立了微波消解样品,原子荧光光谱法测定食品添加剂山梨酸钾中砷含量的方法。砷的质量浓度在 5~50 μg/L 范围内呈线性关系,相关系数为 0.999 9,检出限为 3.1 μg/kg,加标回收率为 84.4%~96.8%,相对标准偏差 2.4%(n=6)。该方法简便快速、灵敏度高、准确可靠,可以满足食品添加剂山梨酸钾检测工作的要求。

参考文献

- [1] 刘鹏,王守银. 离子选择电极法测定食品添加剂硫酸钙中的氟离子[J]. 中国无机分析化学(Chinese Journal of

- Inorganic Analytical Chemistry), 2015, 5(4): 13-15.
 [2] 王娜,张敏,刘鹏,等. 电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-AES)测定食品添加剂磷酸二氢铵中砷和铅[J]. 中国无机分析化学(Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry), 2013, 3(3): 61-63.
 [3] 朱梅,程薇. 食品添加剂羧甲基纤维素钠中砷含量的测定[J]. 食品研究与开发(Food Research and Development), 2011, 32(2): 92-94.
 [4] 张世仙,魏士倩,于永华. 双道原子荧光光谱法测定蔬菜中的砷和汞[J]. 中国无机分析化学(Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry), 2015, 5(1): 4-6.
 [5] 周大颖. 原子荧光光谱法测定食品添加剂磷酸中的砷[J]. 光谱实验室(Spectroscopy Laboratory), 2012, 29(5): 2831-2833.
 [6] 张洪文,张永辉,韩康琴,等. 多道全自动原子荧光光谱法测定土壤中的砷和汞[J]. 中国无机分析化学(Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry), 2014, 4(1): 18-21.